



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2019-0008564
(43) 공개일자 2019년01월24일

- (51) 국제특허분류(Int. Cl.)
B01D 53/04 (2006.01) *B01D 53/047* (2006.01)
B01J 20/22 (2006.01) *B01J 20/26* (2006.01)
B01J 20/34 (2006.01) *C02F 1/28* (2006.01)
C02F 101/32 (2006.01)
- (52) CPC특허분류
B01D 53/0423 (2013.01)
B01D 53/0462 (2013.01)
- (21) 출원번호 10-2018-7036487
- (22) 출원일자(국제) 2017년04월17일
 심사청구일자 2018년12월17일
- (85) 번역문제출일자 2018년12월17일
- (86) 국제출원번호 PCT/US2017/027854
- (87) 국제공개번호 WO 2017/209846
 국제공개일자 2017년12월07일
- (30) 우선권주장
 62/343,254 2016년05월31일 미국(US)

- (71) 출원인
다우 실리콘즈 코퍼레이션
 미국 미시간 미들랜드 웨스트 찰츠부르크 로드
 2200 (우:48686)
- (72) 발명자
안, 동찬
 미국 미시간 48640 미들랜드 789 로즈우드 불러바드
그레이너, 아론
 미국 미시간 48640 미들랜드 605 하퍼 레인
툼슨, 제임스
 미국 미시간 48657 샌포드 1555 노스 나인 마일 로드
- (74) 대리인
장훈

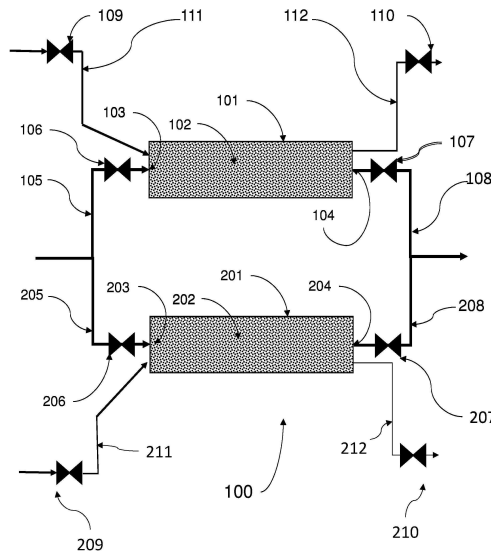
전체 청구항 수 : 총 15 항

(54) 발명의 명칭 **가교결합된 탄성중합체 수작제를 사용하여 혼합물 내의 휘발성 성분을 고갈시키는 방법 및 상기 방법을 실시하기 위한 장치**

(57) 요약

혼합물로부터 휘발성 성분을 제거하기 위한 방법 및 장치가 개시된다. 상기 방법 및 장치는 수작제로서 유리 전이 온도가 25℃ 이하인 가교결합된 탄성중합체를 사용한다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

B01D 53/047 (2013.01)

B01J 20/223 (2013.01)

B01J 20/262 (2013.01)

B01J 20/267 (2013.01)

B01J 20/3425 (2013.01)

B01J 20/3458 (2013.01)

B01J 20/3475 (2013.01)

B01J 20/3491 (2013.01)

C02F 1/285 (2013.01)

명세서

청구범위

청구항 1

휘발성 성분 및 적어도 하나의 다른 성분을 포함하는 혼합물 내의 상기 휘발성 성분을 고갈시키기 위한 방법으로서, 상기 방법은

- 1) 상기 휘발성 성분의 적어도 일부를 유리 전이 온도가 +25℃ 이하인 비다공성 가교결합된 탄성중합체의 벌크 내로 수착시킴으로써, 수착 전의 상기 혼합물보다 더 적은 상기 휘발성 성분을 함유하는 고갈된 혼합물을 형성하고, 상기 비다공성 가교결합된 탄성중합체를 수착된 휘발성 성분으로 풍부화함으로써 풍부화된 가교결합된 탄성중합체를 형성하는 단계로서, 단계 1) 동안, 상기 휘발성 성분의 적어도 일부는 가스상(gas phase)으로 존재하는, 상기 단계,
- 2) 상기 풍부화된 가교결합된 탄성중합체로부터 상기 수착된 휘발성 성분의 적어도 일부를 탈착시킴으로써, 탈착된 휘발성 성분 및 탈착 전의 상기 풍부화된 가교결합된 탄성중합체보다 더 적은 상기 수착된 휘발성 성분을 함유하는 재생된 탄성중합체를 형성하는 단계, 및
- 3) 단계 1)을 반복 시에 상기 비다공성 가교결합된 탄성중합체의 전부 또는 일부로서 상기 재생된 탄성중합체를 사용하는 단계, 및
- 4) 단계 1) 동안 그리고/또는 후의 상기 고갈된 혼합물 및 단계 2) 동안 그리고/또는 후의 상기 탈착된 휘발성 성분 중 하나 또는 둘 모두를 안내하는 단계를 포함하는, 방법.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 비다공성 가교결합된 탄성중합체는 비다공성 가교결합된 폴리유기실록산 탄성중합체인, 방법.

청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서, 상기 휘발성 성분은 중합도가 3 내지 12인 환형 폴리유기실록산, 실란, 또는 DP가 최대 14인 비환형 폴리유기실록산인, 방법.

청구항 4

제1항 또는 제2항에 있어서, 상기 휘발성 성분은 휘발성 유기 화합물인, 방법.

청구항 5

제4항에 있어서, 상기 휘발성 유기 화합물은 (i) 알데하이드, (ii) 방향족 화합물, (iii) 알칸, (iv) 알켄, (v) 알킨, (vi) 알코올, (vii) 케톤, (viii) 에테르, (ix) CO₂, 또는 (x) (i), (ii), (iii), (iv), (v), (vi), (vii), (viii), 및 (ix)의 둘 이상의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택되는, 방법.

청구항 6

제1항 또는 제2항에 있어서, 상기 휘발성 성분은 휘발성 무기 화합물인, 방법.

청구항 7

제6항에 있어서, 상기 휘발성 무기 화합물은 (i) 클로라민, (ii) 수증기, (iii) H₂S, (iv) SO_x, (v) NO_x, 및 (vi) (i), (ii), (iii), (iv), 및 (v)의 둘 이상의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택되는, 방법.

청구항 8

제1항 내지 제7항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 혼합물의 상기 적어도 하나의 다른 성분은 비휘발성 유기 액체 또는 비휘발성 폴리유기실록산 액체를 포함하는, 방법.

청구항 9

제1항 내지 제6항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 혼합물은 공정 증기 스트림이고, 상기 고갈된 혼합물은 고갈된 공정 증기인, 방법.

청구항 10

제1항 내지 제9항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 비다공성 가교결합된 탄성중합체는 박막, 코팅된 지지 재료, 나노로드(nanorod), 미립자, 및 섬유로부터 선택되는 형태를 갖는, 방법.

청구항 11

제1항 내지 제10항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 비다공성 가교결합된 탄성중합체는

- 1) 용매의 존재 하에서 성분들을 배합하고 가교결합시켜 상기 비다공성 가교결합된 탄성중합체를 형성하는 단계, 및
- 2) 이후에 상기 용매를 제거하는 단계를 포함하는 방법에 의해 제조되는, 방법.

청구항 12

제11항에 있어서, 단계 1)에서의 상기 성분들은

- (A) 하이드로실릴화 촉매,
 - (B) 분자당 평균 2개 이상의 규소 결합된 지방족 불포화 탄화수소 기를 갖는 폴리유기실록산,
 - (C) 분자당 평균 2개 초과와 규소 결합된 수소 원자를 갖는 가교결합제,
- 선택적으로, (D) 억제제, 및
- (E) 상기 용매를 포함하며,

단계 2)는 상기 조성물을 가열함으로써 수행되는, 방법.

청구항 13

혼합물 내의 휘발성 성분을 고갈시키기 위한 장치로서, 상기 장치는

a) 내부 부피 공간을 한정하고, 입구, 및 상기 내부 부피 공간을 통해 상기 입구와 유체 연통(fluid communication) 상태에 있는 출구를 갖는 접촉기로서, 상기 접촉기의 상기 내부 부피 공간은 유리 전이 온도가 25°C 이하인 비다공성 가교결합된 탄성중합체를 함유하고, 상기 장치의 작동 동안 휘발성 성분 및 적어도 하나의 비휘발성 성분을 포함하는 혼합물이 상기 입구를 통해 상기 접촉기에 들어가고, 상기 비다공성 가교결합된 탄성중합체와 접촉하여 상기 휘발성 성분의 적어도 일부가 상기 비다공성 탄성중합체에 의해 수확되게 하고, 고갈된 혼합물이 상기 출구를 통해 상기 접촉기를 빠져나가는, 상기 접촉기,

선택적으로, b) 상기 접촉기의 출구와 유체 연통 상태에 있고, 상기 고갈된 혼합물을 수집하도록 구성된 수집기, 및

선택적으로, c) 상기 탄성중합체와 유체 연통 상태에 있고, 상기 비다공성 가교결합된 탄성중합체로부터 탈착된 휘발성 성분을 수집하도록 구성된 회수 장치를 포함하는, 장치.

청구항 14

제13항에 있어서, 상기 접촉기는 상기 비다공성 가교결합된 탄성중합체의 미립자 형태의 충전층(packed bed)을 포함하는 충전층 장치인, 장치.

청구항 15

제14항에 있어서, 상기 혼합물의 병렬 유동을 위하여 상기 접촉기와 함께 배치되는 제2 접촉기의 제2 입구로의 스플리터(splitter) 또는 제2 혼합물 공급장치를 추가로 포함하며, 상기 제2 접촉기는 제2 내부 부피 공간을 한정하고, 상기 제2 내부 부피 공간을 통해 상기 제2 입구와 유체 연통 상태에 있는 제2 출구를 가지며, 상기 제2 접촉기의 상기 제2 내부 부피 공간은, 상기 비다공성 가교결합된 탄성중합체와 동일하거나 상이할 수 있는, 유

리 전이 온도가 +25℃ 이하인 제2 비다공성 가교결합된 탄성중합체를 함유하고, 상기 장치의 작동 동안 상기 휘발성 성분 및 적어도 하나의 비휘발성 성분을 포함하는 상기 혼합물이 상기 제2 입구를 통해 상기 제2 접촉기에 들어가고, 상기 제2 비다공성 가교결합된 탄성중합체와 접촉하여 상기 휘발성 성분의 적어도 일부가 상기 제2 비다공성 탄성중합체에 의해 수착되게 하고, 고갈된 혼합물이 상기 제2 출구를 통해 상기 제2 접촉기를 빠져나가는, 장치.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 관련 출원과의 상호 참조

[0002] 본 출원은 35 U.S.C. § 119 (e) 하에 2016년 5월 31일자로 출원된 미국 가특허 출원 제62/343254호의 이득을 주장한다. 미국 가특허 출원 제62/343254호는 본 명세서에 참고로 포함된다.

배경 기술

[0003] 휘발성 폴리다이유기실록산 (예를 들어, 환형 폴리다이알킬실록산 및/또는 선형 폴리다이알킬실록산) 및/또는 휘발성 유기 화합물(VOC)과 같은 휘발성 화학종의 감소는 화학 제조에서뿐만 아니라, 유출 공정 가스 또는 폐수 스트림의 처리에서 종종 고비용 단계이다. 다공성 고체 흡착제, 예컨대 활성탄 또는 분자체가 그러한 목적에 사용되어 왔다. 그러나, 그러한 고체 흡착제는 기공 내로의 흡착에 의존하기 때문에, 이것은 물질 전달 제한을 받고/받거나, 탈착에 의한 재생에 상당한 에너지 입력을 필요로 하고/하거나, 부착오염(fouling) 및 모세관 응축이 일어나기 쉽다는 결점으로 인해 문제가 있을 수 있다.

[0004] 실리콘 액체가 또한 휘발성 화학종의 제거에 사용되어 왔는데, 이것은 더 용이하게 재생될 수 있고/있거나, 더 신속한 동적 특성을 특징으로 할 수 있고/있거나, 다공성 고체 흡착제보다 부착오염이 덜 일어나기 쉽기 때문이다. 그러나, 처리하려는 공급 혼합물이 실리콘 액체와 직접 접촉되는, 실리콘 액체를 사용하는 기존의 방법은, 어떠한 실리콘 액체도 공급 혼합물 내로 혼입 또는 이전되거나 또는 그 반대의 경우, 추가적인 액체 분리 단계를 필요로 할 수 있다. 그러한 문제를 피하기 위하여, 막 분리기(membrane separator)를 사용하는 방법이 사용되어 왔다. 그러나, 막 분리기는 그것이 장비 비용을 추가시킬 수 있고 부착오염이 일어나기 쉬울 수 있다는 결점으로 인해 문제가 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0005] 생성물, 유출 공정 가스 및/또는 폐수 스트림으로부터 휘발성 폴리유기실록산 및/또는 VOC를 제거하기 위한 방법에 대한 산업적 필요성이 있으며, 그러한 방법 및 장치는 기존 방법 및 장치보다 용이하게 재생될 수 있고/있거나, 부착오염이 덜 일어나기 쉽고/쉽거나, 더 적은 물질 전달 제한을 갖는다.

[0006] 발명의 간단한 요약

[0007] 혼합물 내의 휘발성 성분을 고갈시키기 위한 방법은 휘발성 성분의 적어도 일부를 유리 전이 온도가 25℃ 이하인 비다공성 가교결합된 탄성중합체의 벌크 내로 수착시킴으로써, 휘발성 성분 내에 비다공성 가교결합된 탄성중합체를 풍부화하는 단계 및 휘발성 성분 내의 혼합물을 고갈시키는 단계를 포함한다.

도면의 간단한 설명

[0008] 도 1은 본 명세서에 기재된 방법을 실시하는 데 사용될 수 있는 장치의 한 예이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0009] 방법 단계

[0010] 휘발성 성분 및 적어도 하나의 다른 성분을 포함하는 혼합물 내의 휘발성 성분을 고갈시키기 위한 방법은 고갈된 혼합물을 형성하는데, 고갈된 혼합물은 상기 방법을 실시하기 전의 혼합물보다 더 적은 휘발성 성분을 함유한다. 본 방법은

[0011] 1) 휘발성 성분의 적어도 일부를 유리 전이 온도가 25℃ 이하인 비다공성 가교결합된 탄성중합체의 벌크 내로

수착시킴으로써, 고갈된 혼합물을 형성하고, 비다공성 가교결합된 탄성중합체를 수착된 휘발성 성분으로 풍부화함으로써 풍부화된 가교결합된 탄성중합체를 형성하는 단계로서, 단계 1) 동안, 휘발성 성분의 적어도 일부는 가스상(gas phase)으로 존재하는, 상기 단계,

[0012] 2) 풍부화된 가교결합된 탄성중합체로부터 휘발성 성분의 적어도 일부를 탈착시킴으로써, 탈착된 휘발성 성분 및 재생된 탄성중합체를 형성하는 단계,

[0013] 3) 단계 1)을 반복 시에 비다공성 가교결합된 탄성중합체의 전부 또는 일부로서 재생된 탄성중합체를 사용하는 단계, 및

[0014] 4) 단계 1) 후의 고갈된 혼합물 및 단계 2) 후의 탈착된 휘발성 성분 중 하나 또는 둘 모두를 원하는 위치로 안내하는 단계를 포함한다.

[0015] 본 방법의 단계 1)에서, 방법 조건 (예컨대, 압력 및 온도)은 휘발성 성분의 적어도 일부가 가스상으로 존재하도록 하는 것이다. 상기 조건은 혼합물이 가열되도록 하는 것일 수 있다. 가열을 위한 온도는 휘발성 성분의 비점보다 높은 온도일 수 있다. 대안적으로, 온도는 휘발성 성분의 적어도 일부 (대안적으로, 전부)가 가스상으로 존재하도록 선택된다. 대안적으로, 본 방법은 단계 1) 전에 혼합물을 기화시키는 단계를 추가로 포함할 수 있다. 혼합물은, 예를 들어 혼합물의 비등 온도보다 높은 온도에서의 가열과 같은 임의의 편리한 수단에 의해 기화될 수 있다. 이론에 의해 구애되고자 함이 없이, 혼합물 내의 휘발성 성분의 부분 압력이 비다공성 가교결합된 탄성중합체 내의 휘발성 성분의 부분 압력을 초과하는 한, 비다공성 가교결합된 탄성중합체의 벌크 내로의 휘발성 성분의 물질 전달을 위한 충분한 구동력이 있을 것으로 여겨진다.

[0016] 혼합물은 유리 전이 온도가 25°C 이하인 비다공성 가교결합된 탄성중합체 ("탄성중합체")와, 상기 탄성중합체가 혼합물로부터 휘발성 성분의 적어도 일부를 탄성중합체의 벌크 내로 수착되게 하기에 충분한 시간 동안 접촉될 수 있다. 혼합물은 단계 1)에서 탄성중합체와 직접, 즉 막의 사용 없이 접촉될 수 있다. 혼합물은 액체일 수 있으며, 휘발성 성분의 적어도 일부는 가스상으로 존재한다. 대안적으로, 혼합물은 단계 1) 동안 가스상으로 존재할 수 있다.

[0017] 본 방법의 단계 2)는 탄성중합체를 재생하도록 수행될 수 있다. 탄성중합체가 휘발성 성분을 수착시킴에 따라, 수착 속도가 감소될 수 있고/있거나 탄성중합체는 팽윤될 수 있다. 탄성중합체가 재생 및 재사용될 수 있도록 탄성중합체의 벌크로부터 휘발성 성분의 적어도 일부를 탈착시키는 것이 바람직하다. 단계 2) 동안 그리고/또는 후에, 휘발성 성분은 선택적으로 회수될 수 있다. 탄성중합체의 재생은 본 방법의 단계 1)을 정지하고 탄성중합체를 재생시키고, 이어서 단계 2) 후에 단계 1)을 반복함으로써 수행될 수 있다. 대안적으로, 혼합물은, 풍부화된 가교결합된 탄성중합체에 대해 단계 2)를 수행하면서, 단계 1)을 계속하도록 경로-재설정(rerouted) 수 있다. 이러한 방법의 한 예가 하기 도 1에 도시되어 있다.

[0018] 풍부화된 가교결합된 탄성중합체의 재생은 임의의 편리한 수단, 예컨대 가열에 의해 수행될 수 있는데, 이때 가열은, 선택적으로, 풍부화된 가교결합된 탄성중합체와 접촉 상태로 건조 공기 가스 스트림 또는 불활성 가스 스트림에 의한 스위핑과 함께 행해진다. 또한, 풍부화된 가교결합된 탄성중합체를 감압 (예를 들어, 대기압 미만)에 노출시킴으로써 그리고/또는 풍부화된 가교결합된 탄성중합체를 휘발성 성분 고갈된 스위프 스트림과 접촉시킴으로써 더 낮은 온도 (예를 들어, 25°C의 실온 또는 그 이하)에서 탈착시키는 것이 가능하다. 대안적으로, 풍부화된 가교결합된 탄성중합체를 팽윤시키거나 팽윤시키지 않으면서 용매에 대한 풍부화된 가교결합된 탄성중합체의 노출이 또한 풍부화된 가교결합된 탄성중합체를 재생시키는 데 사용될 수 있다. 대안적으로, 액체 추출, 예를 들어 용매 또는 초임계 유체 추출이 풍부화된 가교결합된 탄성중합체를 재생시키는 데 사용될 수 있다. 본 방법은 단계 3)을 추가로 포함하며, 이 단계에서는 단계 1)을 반복하기 위하여, 재생된 탄성중합체가 재사용될 수 있다. 단계 1)을 반복하는 데 사용되는 비다공성 가교결합된 탄성중합체는 전부 재생된 탄성중합체일 수 있으며, 대안적으로는, 단계 1)을 반복하는 데 사용되는 비다공성 가교결합된 탄성중합체의 일부는 재생된 탄성중합체일 수 있고, 나머지는 새로운 비다공성 가교결합된 탄성중합체이다.

[0019] 본 방법은 단계 1) 동안 그리고/또는 후의 고갈된 혼합물 및 단계 2) 동안 그리고/또는 후의 탈착된 휘발성 성분 중 하나 또는 둘 모두를 원하는 위치로 안내하는 단계를 추가로 포함한다. 안내하는 단계는 임의의 편리한 수단에 의해, 예컨대 고갈된 혼합물을 채널, 예컨대 파이프, 덕트, 또는 다른 도관을 통해 원하는 위치(예컨대, 회수 작업)에 공급함으로써 수행될 수 있다. 회수 작업은 냉각 장치, 예컨대 열 교환기 또는 응축기를 포함할 수 있다. 회수 작업은 고갈된 혼합물을 저장하기 위한 수집 장치, 예컨대 탱크, 저장소, 또는 다른 용기 및/또는 휘발성 성분을 저장하기 위한 탱크를 포함할 수 있다. 대안적으로, 고갈된 혼합물은 상이한 작업으로 안내

될 수 있는데, 예컨대 고갈된 혼합물이 반응물로서 사용될 때 그러하다. 대안적으로, 휘발성 성분은 상이한 작업으로 안내될 수 있는데, 예컨대 휘발성 성분이 반응물로서 사용될 때 그러하다. 대안적으로, 고갈된 혼합물 및 휘발성 오염물 중 하나 또는 둘 모두는 수집 용기로 안내될 수 있다.

[0020] 예를 들어, 본 방법이 혼합물 또는 휘발성 성분을 정제하는 데 사용될 때 그러하다. 고갈된 혼합물은, 혼합물이 가열되고/되거나 가스상으로 존재할 때, 임의의 편리한 수단에 의해, 예컨대 고갈된 혼합물을 채널, 예컨대 파이프, 덕트, 또는 다른 도관을 통해 열 교환기 또는 응축기에 공급하고 거기서 냉각시킴으로써 회수 및/또는 안내될 수 있는 정제된 혼합물이다.

[0021] 대안적으로, 정제된 혼합물의 회수는, 응축기로부터의 정제된 혼합물 (전술됨)을, 정제된 혼합물이 반응물 또는 용매로서 사용되는 상이한 반응기에 공급하는 것을 포함할 수 있다. 대안적으로, 정제된 혼합물이 폴리유기실록산을 포함하는 경우 (환형 폴리유기실록산 휘발성 오염물이 없음), 정제된 혼합물은 시험, 포장 및/또는 판매되기 위하여 수집 용기로 안내될 수 있거나, 또는 정제된 혼합물은 상이한 공정으로 안내되고 폴리유기실록산 함유 생성물을 제조하는 데 반응물 또는 다른 성분으로서 사용될 수 있다.

[0022] 대안적으로, 혼합물이 폐수이고, 고갈된 혼합물이 정제수인 경우, 정제수는 정제수를 시험을 위한 공정으로, 또는 환경으로 공급함으로써 (예를 들어, 펌핑함으로써) 안내될 수 있다. 대안적으로, 혼합물이 공기이고, 고갈된 혼합물이 정제된 공기 (예컨대, 제습 공기)인 경우, 정제된 공기는 배관을 통해 공기 취급 시스템 또는 환기 시스템 내로 블로잉 또는 펌핑하여 안내될 수 있다. 단계 1) 동안 그리고/또는 후의 고갈된 혼합물 및 단계 2) 동안 그리고/또는 후의 탈착된 휘발성 성분 중 하나 또는 둘 모두를 안내하는 도관은 또한, 펌프, 팬, 송풍기, 압출기, 컴파운더, 및 밸브와 같은 이송 장비와 함께, 인라인 모니터링 시험 장비, 예컨대 게이지, 미터기 및 센서를 수용할 수 있음이 이해된다.

[0023] 휘발성 성분은 임의의 편리한 수단에 의해 회수될 수 있다. 예를 들어, 풍부화된 가교결합된 탄성중합체가 전술된 바와 같이 건조 가스 스트림으로 스위칭함으로써 재생되는 경우, 휘발성 성분을 함유하는 가스 스트림은 휘발성 성분을 회수하도록 응축기를 통해 안내될 수 있다. 대안적으로, 풍부화된 가교결합된 탄성중합체를 재생하기 위해 용매가 사용되는 경우, 휘발성 성분은 용매를 스트리핑, 추출, 또는 증류하기 위한 장치로 안내될 수 있다. 대안적으로, 휘발성 성분의 안내는 응축기로부터의 휘발성 성분 (전술됨), 또는 휘발성 성분을 함유하는 용매를, 휘발성 성분이 반응물로서 사용되는 상이한 반응기에 공급하는 것을 포함할 수 있다.

[0024] 휘발성 성분

[0025] 휘발성 성분은 혼합물로부터 제거되는 것이 바람직한 임의의 화학종일 수 있다. 본 명세서에 기재된 방법에서, 휘발성 성분은 증기압이 70°C에서 0.1 mmHg 내지 70°C에서 760 mmHg, 대안적으로 70°C에서 1 mmHg 내지 70°C에서 100 mmHg, 대안적으로 70°C에서 4 mmHg 내지 70°C에서 82 mmHg, 그리고 대안적으로 70°C에서 17 mmHg 내지 70°C에서 82 mmHg일 수 있다. 본 방법의 단계 1)에 의해 형성된 생성물은 고갈된 혼합물이며, 상기 고갈된 혼합물에는 휘발성 성분이 없거나, 단계 1) 전의 혼합물보다 더 적은 휘발성 성분을 함유한다. "-이 없는"은 고갈된 혼합물이 어떠한 휘발성 성분도 함유하지 않거나 GC 분석에 의해 검출 불가능한 휘발성 성분의 양을 함유함을 의미한다.

[0026] 휘발성 성분은 중합도 ("DP")가 3 내지 12인 환형 폴리유기실록산일 수 있으며, 대안적으로 휘발성 성분은 평균 DP가 4인 환형 폴리다이알킬실록산일 수 있다. 환형 폴리유기실록산은 화학식 $(R^{11}R^{12}SiO_{2/2})_k$ 를 가질 수 있으며, 여기서 하첨자 k는 3 내지 12이고, 각각의 R^{11} 은 독립적으로 1가 탄화수소 기 또는 1가 할로젠화 탄화수소 기이고, 각각의 R^{12} 는 독립적으로 R^{11} , OH, 또는 H이다. 적합한 1가 탄화수소 기는 알킬, 알케닐, 알키닐, 아릴, 아르알킬, 및 카르보사이클릭 기를 포함한다. 알킬 기는 분지형 또는 비분지형, 포화 1가 탄화수소 기를 포함하며, 이는 메틸, 에틸, 프로필 (예를 들어, 아이소-프로필 및/또는 n-프로필), 부틸 (예를 들어, 아이소부틸, n-부틸, tert-부틸, 및/또는 sec-부틸), 펜틸 (예를 들어, 아이소펜틸, 네오펜틸, 및/또는 tert-펜틸), 헥실, 헵틸, 옥틸, 노닐, 및 데실뿐만 아니라 6개 이상의 탄소 원자의 분지형 포화 1가 탄화수소 기로 예시되지만 이로 한정되지 않는다. 알케닐 기는 이중 결합을 함유하는 1가 탄화수소 기이다. R^{11} 에 적합한 알케닐 기는 에테닐, 프로페닐 (예를 들어, 아이소-프로페닐 및/또는 n-프로페닐), 부테닐 (예를 들어, 아이소부테닐, n-부테닐, tert-부테닐, 및/또는 sec-부테닐), 펜테닐 (예를 들어, 아이소펜테닐, n-펜테닐, 및/또는 tert-펜테닐), 헥세닐, 헵테닐, 옥테닐, 노네닐, 및 데세닐뿐만 아니라 6개 이상의 탄소 원자의 그러한 분지형 기로 예시되지만 이로 한정되지 않는다. 알키닐 기는 삼중 결합을 함유하는 1가 탄화수소 기이다. R^{11} 에 적합한 알키닐 기는 에티

닐, 프로피닐 (예를 들어, 아이소-프로피닐 및/또는 n-프로피닐), 부티닐 (예를 들어, 아이소부티닐, n-부티닐, tert-부티닐, 및/또는 sec-부티닐), 펜티닐 (예를 들어, 아이소펜티닐, n-펜티닐, 및/또는 tert-펜티닐), 헥시닐, 헵티닐, 옥티닐, 노니닐, 및 데시닐뿐만 아니라 6개 이상의 탄소 원자의 그러한 분지형 기로 예시되지만 이로 한정되지 않는다. 아릴 기는 사이클릭, 완전 불포화, 탄화수소 기를 포함하며, 이는 사이클로펜타다이에닐, 페닐, 안트라세닐, 및 나프틸로 예시되지만 이로 한정되지 않는다. 모노사이클릭 아릴 기는 5 내지 9개의 탄소 원자, 대안적으로 6개 또는 7개의 탄소 원자, 및 대안적으로 5개 또는 6개의 탄소 원자를 가질 수 있다. 폴리사이클릭 아릴 기는 10 내지 17개의 탄소 원자, 대안적으로 10 내지 14개의 탄소 원자, 그리고 대안적으로 12 내지 14개의 탄소 원자를 가질 수 있다. 아르알킬 기는 펜던트 및/또는 말단 아릴 기를 갖는 알킬 기 또는 펜던트 알킬 기를 갖는 아릴 기를 의미한다. 예시적인 아르알킬 기는 톨릴, 자일릴, 벤질, 페닐에틸, 페닐 프로필, 및 페닐 부틸을 포함한다. 카르보사이클릭 기는 탄화수소 고리이다. 카르보사이클릭 기는 모노사이클릭 고리일 수 있거나 또는 대안적으로 융합, 가교, 또는 스피로 폴리사이클릭 고리를 가질 수 있다. 모노사이클릭 카르보사이클릭 기는 3 내지 9개의 탄소 원자, 대안적으로 4 내지 7개의 탄소 원자, 그리고 대안적으로 5개 또는 6개의 탄소 원자를 가질 수 있다. 폴리사이클릭 카르보사이클릭 기는 7 내지 17개의 탄소 원자, 대안적으로 7 내지 14개의 탄소 원자, 그리고 대안적으로 9개 또는 10개의 탄소 원자를 가질 수 있다. 카르보사이클은 포화 또는 부분 불포화될 수 있다. 카르보사이클릭 기는 포화된 사이클로알킬 기일 수 있다. 적합한 모노사이클릭 사이클로알킬 기는 사이클로부틸, 사이클로펜틸, 및 사이클로헥실로 예시된다. 적합한 1가 할로겐화 탄화수소 기는 탄소 원자에 결합된 하나 이상의 수소 원자가 할로젠 원자로 형식상 대체된 1가 탄화수소 기를 지칭한다. 할로겐화 탄화수소 기는 할로알킬 기, 할로겐화 카르보사이클릭 기, 및 할로알케닐 기를 포함한다. 할로알킬 기는 플루오르화 알킬 기, 예를 들어 트라이플루오로메틸 (CF₃), 플루오로메틸, 트라이플루오로에틸, 2-플루오로프로필, 3,3,3-트라이플루오로프로필, 4,4,4-트라이플루오로부틸, 4,4,4,3,3-펜타플루오로부틸, 5,5,5,4,4,3,3-헵타플루오로펜틸, 6,6,6,5,5,4,4,3,3-노나플루오로헥실, 및 8,8,8,7,7-헵타플루오로옥틸; 및 염소화 알킬 기, 예컨대 클로로메틸 및 3-클로로프로필을 포함한다. 할로겐화 카르보사이클릭 기는 플루오르화 사이클로알킬 기, 예를 들어 2,2-다이플루오로사이클로프로필, 2,3-다이플루오로사이클로부틸, 3,4-다이플루오로사이클로헥실, 및 3,4-다이플루오로-5-메틸사이클로헵틸; 및 염소화 사이클로알킬 기, 예컨대 2,2-다이클로로사이클로프로필, 2,3-다이클로로사이클로펜틸을 포함한다. 할로알케닐 기는 클로로알릴을 포함한다. 대안적으로, 휘발성 성분은 사이클릭 폴리다이유기수소실록산일 수 있다. 휘발성 성분은 (i) 헥사메틸사이클로트리실록산 (D₃), (ii) 옥타메틸사이클로테트라실록산 (D₄), (iii) 테트라메틸사이클로테트라실록산 (D₄^H), (iv) 테트라메틸테트라비닐 사이클로테트라실록산 (D₄^{Vi}), (v) 테트라메틸테트라페닐사이클로테트라실록산 (D₄^{Ph}), (vi) 데카메틸사이클로펜타실록산 (D₅), (vii) 펜타메틸사이클로펜타실록산 (D₅^H), (viii) 펜타메틸펜타비닐사이클로펜타실록산 (D₅^{Vi}), (ix) 펜타메틸펜타페닐사이클로펜타실록산 (D₅^{Ph}), (x) 도데카메틸사이클로헥사실록산 (D₆), (xi) 헥사메틸사이클로헥사실록산 (D₆^H), (xii) 헥사메틸헥사비닐사이클로헥사실록산 (D₆^{Vi}), (xiii) 헥사메틸헥사페닐사이클로헥사실록산 (D₆^{Ph}), 또는 (xiv) (i), (ii), (iii), (iv), (v), (vi), (vii), (viii), (ix), (x), (xi), (xii), 및 (xiii)의 둘 이상의 조합을 포함할 수 있다. 대안적으로, 휘발성 성분은 D₃, D₄, D₅, D₆, 및 D₃, D₄, D₅, 및 D₆의 둘 이상의 조합으로부터 선택될 수 있다. 대안적으로, 휘발성 성분은 D₄일 수 있다.

[0027] 대안적으로, 휘발성 성분은 DP가 1 내지 14인 유기실란 또는 폴리유기실록산일 수 있다. 유기실란은 화학식 R¹_vSiR²_(4-v)를 가질 수 있으며, 여기서 각각의 R¹은 독립적으로 1가 탄화수소 기 또는 1가 할로겐화 탄화수소 기이고, 각각의 R²는 독립적으로 수소 원자, 할로젠 원자, 하이드로카르보노옥시 기, 예컨대 알콕시, 아미노 작용기, 아실옥시 기, 예컨대 아세톡시, 에폭시-작용기, 메타크릴레이트 작용기, 옥시모 작용기, 예컨대 케톡시, 아크릴레이트 작용기, 폴리올 작용기, 예컨대 폴리에테르, 티올 작용기이고; 하첨자 v는 0 내지 4, 대안적으로 0 내지 3이다.

[0028] R¹에 적합한 1가 탄화수소 기는 알킬, 알케닐, 알키닐, 아릴, 아르알킬, 및 카르보사이클릭 기를 포함한다. 알킬 기는 분지형 또는 비분지형, 포화 1가 탄화수소 기를 포함하며, 이는 메틸, 에틸, 프로필 (예를 들어, 아이소-프로필 및/또는 n-프로필), 부틸 (예를 들어, 아이소부틸, n-부틸, tert-부틸, 및/또는 sec-부틸), 펜틸 (예를 들어, 아이소펜틸, 네오펜틸, 및/또는 tert-펜틸), 헥실, 헵틸, 옥틸, 노닐, 및 데실뿐만 아니라 6개 이상의

탄소 원자의 분지형 포화 1가 탄화수소 기로 예시되지만 이로 한정되지 않는다. 알케닐 기는 이중 결합을 함유하는 1가 탄화수소 기이다. R^1 에 적합한 알케닐 기는 에테닐, 프로페닐 (예를 들어, 아이소-프로페닐 및/또는 n-프로페닐), 부테닐 (예를 들어, 아이소부테닐, n-부테닐, tert-부테닐, 및/또는 sec-부테닐), 펜테닐 (예를 들어, 아이소펜테닐, n-펜테닐, 및/또는 tert-펜테닐), 헥세닐, 헵테닐, 옥테닐, 노네닐, 및 데세닐뿐만 아니라 6개 이상의 탄소 원자의 그러한 분지형 기로 예시되지만 이로 한정되지 않는다. 알키닐 기는 삼중 결합을 함유하는 1가 탄화수소 기이다. R^1 에 적합한 알키닐 기는 에티닐, 프로피닐 (예를 들어, 아이소-프로피닐 및/또는 n-프로피닐), 부티닐 (예를 들어, 아이소부티닐, n-부티닐, tert-부티닐, 및/또는 sec-부티닐), 펜티닐 (예를 들어, 아이소펜티닐, n-펜티닐, 및/또는 tert-펜티닐), 헥시닐, 헵티닐, 옥티닐, 노니닐, 및 데시닐뿐만 아니라 6개 이상의 탄소 원자의 그러한 분지형 기로 예시되지만 이로 한정되지 않는다. 아릴 기는 사이클릭, 완전 불포화, 탄화수소 기를 포함하며, 이는 사이클로펜타다이에닐, 페닐, 안트라세닐, 및 나프틸로 예시되지만 이로 한정되지 않는다. 모노사이클릭 아릴 기는 5 내지 9개의 탄소 원자, 대안적으로 6개 또는 7개의 탄소 원자, 및 대안적으로 5개 또는 6개의 탄소 원자를 가질 수 있다. 폴리사이클릭 아릴 기는 10 내지 17개의 탄소 원자, 대안적으로 10 내지 14개의 탄소 원자, 그리고 대안적으로 12 내지 14개의 탄소 원자를 가질 수 있다. 아르알킬 기는 펜던트 및/또는 말단 아릴 기를 갖는 알킬 기 또는 펜던트 알킬 기를 갖는 아릴 기를 의미한다. 예시적인 아르알킬 기는 톨릴, 자일릴, 벤질, 페닐에틸, 페닐 프로필, 및 페닐 부틸을 포함한다. 카르보사이클릭 기는 탄화수소 고리이다. 카르보사이클릭 기는 모노사이클릭 고리일 수 있거나 또는 대안적으로 융합, 가교, 또는 스피로 폴리사이클릭 고리를 가질 수 있다. 모노사이클릭 카르보사이클릭 기는 3 내지 9개의 탄소 원자, 대안적으로 4 내지 7개의 탄소 원자, 그리고 대안적으로 5개 또는 6개의 탄소 원자를 가질 수 있다. 폴리사이클릭 카르보사이클릭 기는 7 내지 17개의 탄소 원자, 대안적으로 7 내지 14개의 탄소 원자, 그리고 대안적으로 9개 또는 10개의 탄소 원자를 가질 수 있다. 카르보사이클릭은 포화 또는 부분 불포화될 수 있다. 카르보사이클릭 기는 포화된 사이클로알킬 기일 수 있다. 적합한 모노사이클릭 사이클로알킬 기는 사이클로부틸, 사이클로펜틸, 및 사이클로헥실로 예시된다. 적합한 1가 할로겐화 탄화수소 기는 탄소 원자에 결합된 하나 이상의 수소 원자가 할로젠 원자로 형식상 대체된 1가 탄화수소 기를 지칭한다. 할로겐화 탄화수소 기는 할로알킬 기, 할로겐화 카르보사이클릭 기, 및 할로알케닐 기를 포함한다. 할로알킬 기는 플루오르화 알킬 기, 예를 들어 트라이플루오로메틸 (CF_3), 플루오로메틸, 트라이플루오로에틸, 2-플루오로프로필, 3,3,3-트라이플루오로프로필, 4,4,4-트라이플루오로부틸, 4,4,4,3,3-펜타플루오로부틸, 5,5,5,4,4,3,3-헵타플루오로펜틸, 6,6,6,5,5,4,4,3,3-노나플루오로헥실, 및 8,8,8,7,7-펜타플루오로옥틸; 및 염소화 알킬 기, 예컨대 클로로메틸 및 3-클로로프로필을 포함한다. 할로겐화 카르보사이클릭 기는 플루오르화 사이클로알킬 기, 예를 들어 2,2-다이플루오로사이클로프로필, 2,3-다이플루오로사이클로부틸, 3,4-다이플루오로사이클로헥실, 및 3,4-다이플루오로-5-메틸사이클로헵틸; 및 염소화 사이클로알킬 기, 예컨대 2,2-다이클로로사이클로프로필, 2,3-다이클로로사이클로펜틸을 포함한다. 할로알케닐 기는 클로로알릴을 포함한다.

[0029] R^2 에 적합한 할로젠 원자는 F, Cl, Br, 또는 I; 대안적으로 F, Cl, 또는 Br; 대안적으로 Cl 또는 Br; 대안적으로 Cl; 대안적으로 Br을 포함한다. R^2 에 적합한 하이드로카르보노옥시 기는 화학식 OR^3 을 가지며, 여기서 R^3 은 R^1 에 대해 상기에 정의된 바와 같은 1가 탄화수소 기이다. 하첨자 v는 1 내지 4, 대안적으로 1 내지 3, 그리고 대안적으로 1 내지 2이다. 예시적인 유기실란은 트라이메틸실란, 비닐트라이메틸실란, 알릴트라이메틸실란, 다이메틸다이메톡시실란, 및/또는 메틸트라이메톡시실란을 포함한다.

[0030] 휘발성 폴리유기실록산은 선형 또는 분지형일 수 있다. 예에는 폴리다이메틸실록산 올리고머 및 중합체가 포함된다. 휘발성 폴리유기실록산은 단위식 $(R^4_3SiO_{1/2})_w(R^4_2SiO_{2/2})_x(R^4SiO_{3/2})_y(SiO_{4/2})_z$ 를 가질 수 있으며, 여기서 R^4 는 수소 원자, OH, 또는 전술된 바와 같은 R^1 이고, 하첨자 w는 > 0 이고, 하첨자 x는 ≥ 0 이고, 하첨자 y는 ≥ 0 이고, 하첨자 z는 ≥ 0 이되, 단 합계 $(w + x + y + z)$ 는 ≤ 14 이다. 대안적으로, y는 0일 수 있다. 대안적으로, z는 0일 수 있다. 대안적으로, w는 2일 수 있고, x는 0 내지 12, 대안적으로 0 내지 2일 수 있다. 예시적인 휘발성 폴리유기실록산은 하기 화학식의 것들일 수 있다: $(R^4_3SiO_{1/2})_2(R^4_2SiO_{2/2})_2$, $(R^4_3SiO_{1/2})_2(R^4_2SiO_{2/2})_1$, $(R^4_3SiO_{1/2})_2$, 및/또는 $(R^4_3SiO_{1/2})_4(SiO_{4/2})_1$. 대안적으로, 각각의 R^4 는 독립적으로 수소 원자, 메틸 기, 비닐 기, 또는 페닐 기일 수 있다. 대안적으로, 각각의 R^4 는 메틸일 수 있다. 그러한 휘발성 폴리유기실록산은 헥사메틸다이실록산, 옥타메틸트라이실록산, 헥사메틸사이클로트라이실록산, 및 다른 저분자량 폴리유기실록산, 예컨대

미국 미시간주 미들랜드 소재의 다우 코닝 코포레이션(Dow Corning Corporation)으로부터 구매가능한, 0.5 내지 1.5 cSt 다우 코닝® 200 플루이즈(Fluids) 및 다우 코닝® OS 플루이즈를 포함한다.

[0031] 대안적으로, 휘발성 성분은 휘발성 유기 화합물 (VOC)일 수 있다. VOC는 (i) 알데하이드, 예컨대 포름알데하이드 또는 아세트알데하이드, (ii) 방향족 화합물, (iii) 알칸 또는 사이클로알칸, (iv) 알켄, (v) 알킨, 또는 (i), (ii), (iii), (iv), 및 (v)의 둘 이상의 조합일 수 있다. 방향족 화합물의 예에는 방향족 탄화수소, 예컨대 톨루엔, 벤젠, 및/또는 자일렌이 포함된다. 알칸의 예에는 메탄, 에탄, 프로판, 부탄, 펜탄, 헥산, 헵탄, 옥탄, 및/또는 이들의 이성질체, 사이클로헥산, 및/또는 이들의 조합이 포함된다. 알켄의 예에는 에틸렌, 프로펜, 부텐, 펜텐 및/또는 이들의 이성질체 및/또는 이들의 조합이 포함된다.

[0032] 대안적으로, VOC는 유기 용매일 수 있다. 유기 용매는 알코올, 예컨대 메탄올, 에탄올, 아이소프로판올, 부탄올, 또는 n-프로판올; 케톤, 예컨대 아세톤, 메틸에틸 케톤, 또는 메틸아이소부틸 케톤; 방향족 탄화수소, 예컨대 벤젠, 톨루엔, 또는 자일렌; 에테르, 예컨대 다이에틸 에테르, 글리콜 에테르, 예컨대 프로필렌 글리콜 메틸 에테르, 다이프로필렌 글리콜 메틸 에테르, 프로필렌 글리콜 n-부틸 에테르, 프로필렌 글리콜 n-프로필 에테르, 또는 에틸렌 글리콜 n-부틸 에테르, 할로겐화 탄화수소, 예컨대 다이클로로메탄, 1,1,1-트라이클로로에탄 또는 메틸렌 클로라이드; 클로로포름; 다이메틸 설펝사이드; 다이메틸 포름아미드, 아세토니트릴; 테트라하이드로푸란; 화이트 스피릿(white spirit); 미네랄 스피릿(mineral spirit); 나프타; n-메틸 피롤리돈; 할로겐화 휘발성 유기 화합물, 예컨대 할로겐화 탄화수소, 예를 들어 클로로플루오로카본, 예컨대 프레온(Freon), 또는 이들의 둘 이상의 조합일 수 있다.

[0033] 대안적으로, VOC는 중합 또는 가교결합에 사용되는 유기 단량체, 예컨대 에틸렌, 프로필렌, 부텐, 아이소부텐, 1,3-부타디엔, 아이소프렌, 비닐 클로라이드, 비닐 아세테이트, 비닐 플루오라이드, 스티렌, 아크릴로니트릴, 에틸렌 옥사이드, 프로필렌 옥사이드, 아크릴레이트 및 메타크릴레이트 단량체, 예컨대 아크릴산, 메타크릴산, 메틸 아크릴레이트, 메틸 메타크릴레이트, 부틸 아크릴레이트, 2-에틸헥실 아크릴레이트, 시아노아크릴레이트, 아이소보르닐 아크릴레이트, 테트라플루오로에틸렌, 글리시딜 메타크릴레이트, 테트라하이드로푸르푸릴 메타크릴레이트, 아이소시아네이트, 예컨대 메틸렌 다이페닐 다이아이소시아네이트, 톨루엔 다이아이소시아네이트, 포스젠, 아민 화합물, 예컨대 에틸렌 다이아민, 에폭시 화합물, 예컨대 올리고머 액체 에폭시 수지일 수 있다. VOC는 또한 석유-유래 연료 또는 연료 혼합물, 예컨대 디젤 연료, 제트 연료 또는 가솔린일 수 있다. 대안적으로, VOC는 유해하거나 냄새 유발성인 유기 화합물, 예컨대 유기황 화합물일 수 있다. 대안적으로, 휘발성 성분은 CO₂일 수 있다.

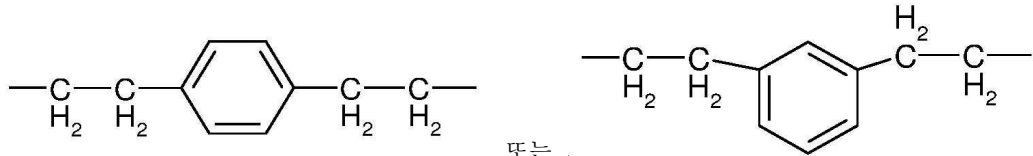
[0034] 대안적으로, 휘발성 성분은 무기 화합물일 수 있다. 예를 들어, 휘발성 성분은 본 명세서에 기재된 방법이 혼합물을 건조시키는 데 사용되는 경우 수증기일 수 있다. 대안적으로, 무기 화합물은 (i) 클로라민, (ii) H₂S, (iii) SO_x, (iv) NO_x, 및 (i), (ii), (iii), 및 (iv)의 둘 이상의 조합일 수 있다.


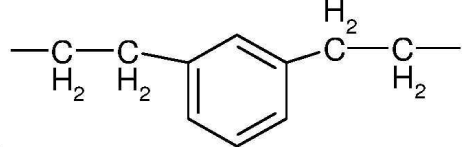
[0035] 혼합물

[0036] 혼합물은 전술된 바와 같은 휘발성 성분의 일부 또는 전부를 제거하는 것이 바람직한 임의의 혼합물일 수 있다. 혼합물은 휘발성 성분 및 적어도 하나의 다른 성분을 포함한다. 휘발성 성분은 증기압이 혼합물 내의 적어도 하나의 다른 성분의 증기압보다 더 작을 수 있다. 소정 실시 형태에서, 휘발성 성분은 비다공성 가교결합된 탄성중합체 중에서의 휘발성 성분의 용해도와 적어도 하나의 다른 성분의 용해도의 차이 또는 상대 증기압에 의해 혼합물 내의 적어도 하나의 다른 성분과 구별될 수 있다. 예를 들어, 일 실시 형태에서, 선형 폴리다이메틸실록산과 같은 화학종이 휘발성 성분일 수 있는데, 이는 혼합물 내의 다른 성분이 선형 폴리다이메틸실록산보다 더 낮은 증기압을 갖는 경우이다. 대안적으로, 동일한 선형 폴리다이메틸실록산이 혼합물 내의 다른 성분일 수 있는데, 이는 휘발성 성분인, 예를 들어 선형 폴리다이메틸실록산의 증기압보다 더 높은 증기압을 갖는 유기 용매인 경우이다. 이론에 의해 구애되고자 함이 없이, 비다공성 가교결합된 탄성중합체 중에서의 휘발성 성분의 용해도와 적어도 하나의 다른 성분의 용해도의 차이 또는 (휘발성 성분이 혼합물 내의 적어도 하나의 다른 성분보다 더 높은 증기압을 갖는 경우) 증기압의 차이가, 증기상 휘발성 성분이 혼합물로부터 우선적으로 제거되게 하고 비다공성 가교결합된 탄성중합체 내로 수축될 수 있게 하는 것으로 여겨진다.

[0037] 적어도 하나의 다른 성분은 비교적 비휘발성인 폴리유기실록산 (예를 들어, 휘발성 성분에 대해 전술된 폴리유기실록산보다 덜 휘발성임)일 수 있다. 비휘발성 폴리유기실록산은 단위식 (R⁴₃SiO_{1/2})_p(R⁴₂SiD_{2/2})_q(R⁴SiO_{3/2})_r(SiO_{4/2})_s를 가질 수 있으며, 여기서 R⁴는 전술된 바와 같으며, D는 산소 원자 또

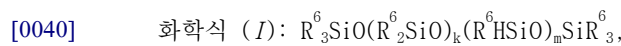
는 2가 탄화수소 기이고, 하첨자 p는 > 0이고, 하첨자 q는 > 0이고, 하첨자 r은 ≥ 0이고, 하첨자 s는 ≥ 0이되, 단 합계 (p + q + r + s)는 > 14이다. 각각의 D는 하나의 단위의 규소 원자를 다른 단위 내의 다른 규소 원자와 연결시키는 산소 원자 또는 2가 기이다. D가 2가 연결기인 경우, D는 독립적으로 2 내지 30개의 탄소 원자를 함유하는 2가 탄화수소 기, 2 내지 30개의 탄소 원자를 함유하는 2가 아크릴레이트 작용성 탄화수소 기, 및/또는 2 내지 30개의 탄소 원자를 함유하는 2가 메타크릴레이트 작용성 탄화수소 기로부터 선택될 수 있다. 적합한 2가 탄화수소 기의 대표적인 비제한적인 예에는 알킬렌 기, 예컨대 에틸렌, 프로필렌 (아이소프로필렌 및 n-프로필렌을 포함함), 및 부틸렌 (n-부틸렌, t-부틸렌 및 아이소부틸렌을 포함함); 및 펜틸렌, 헥실렌, 헵틸렌, 옥틸렌, 및 이들의 분지형 및 선형 이성질체; 아릴렌 기, 예컨대 페닐렌; 및 알킬아르알킬렌



기, 예컨대  또는  가 포함된다.

[0038] 그러한 2가 유기작용성 탄화수소 기의 대표적인 비제한적인 예에는 2가 비스페놀 A 유도체, 아크릴레이트-작용성 알킬렌 기 및 메타크릴레이트-작용성 알킬렌 기가 포함된다. 대안적으로, 각각의 기 D는 에틸렌, 프로필렌, 부틸렌 또는 헥실렌일 수 있다. 대안적으로, 기 D의 각각의 경우는 에틸렌 또는 프로필렌일 수 있다. 비휘발성 폴리유기실록산은 당업계에 공지되어 있으며 구매가능하다. 적합한 비휘발성 폴리유기실록산은 비휘발성 폴리다이메틸실록산으로 예시되지만 이로 한정되지 않는다. 그러한 비휘발성 폴리다이메틸실록산은 다우 코닝® 200 플루이즈를 포함하며, 이는 미국 미시간주 미들랜드 소재의 다우 코닝 코포레이션으로부터 구매가능하고, 점도가 10 cSt 내지 100,000 cSt, 대안적으로 20 cSt 내지 50,000 cSt, 대안적으로 50 cSt 내지 100,000 cSt, 대안적으로 50 cSt 내지 50,000 cSt, 그리고 대안적으로 12,500 내지 60,000 cSt의 범위일 수 있다. 본 명세서에 기재된 방법이 비휘발성 폴리유기실록산으로부터 휘발성 폴리유기실록산을 제거하는 데 사용되는 경우, 휘발성 폴리유기실록산은 증기압이 동일한 온도에서의 비휘발성 폴리유기실록산의 증기압보다 더 낮다. 비휘발성 폴리유기실록산과 휘발성 폴리유기실록산은 분자량, 중합도, 및 R⁴ 기에 대한 선택과 같은 적어도 하나의 특성으로서 상이할 것이다.

[0039] 비휘발성 폴리유기실록산은 비환형 폴리유기실록산 중합체 및/또는 공중합체일 수 있다. 본 방법은 폴리유기실록산 중간체 및 생성물, 예컨대 선형 및/또는 분지형 폴리다이유기실록산 중합체 및/또는 공중합체를 정제하는 데 사용될 수 있다. 소정 응용에서는, 환형 폴리다이알킬실록산의 낮거나 검출 불가능한 (GC에 의함) 함량, 특히 미용 및 건강관리 산업에서 소비자에 의해 요구된다. 그러한 폴리다이유기실록산 중합체 및 공중합체의 예는 하기 화학식 (I) 또는 화학식 (II):



[0042] 이들의 조합을 가질 수 있다.

[0043] 상기 화학식 (I) 및 화학식 (II)에서, 하첨자 k는 1 내지 2000 범위의 평균값을 가지고, 하첨자 m은 0 내지 2000 범위의 평균값을 가지고, 하첨자 n은 1 내지 2000 범위의 평균값을 가지고, 하첨자 o는 0 내지 2000 범위의 평균값을 갖는다. 각각의 R⁶은 독립적으로 1가 유기 기이다. 1가 유기 기는 1가 탄화수소 기 또는 1가 할로젠화 탄화수소 기일 수 있다. 1가 탄화수소 기는 알킬, 알케닐, 알키닐, 아릴, 아르알킬, 및 카르보사이클릭 기를 포함한다. 알킬 기는 분지형 또는 비분지형, 포화 1가 탄화수소 기를 포함하며, 이는 메틸, 에틸, 프로필 (예를 들어, 아이소-프로필 및/또는 n-프로필), 부틸 (예를 들어, 아이소부틸, n-부틸, tert-부틸, 및/또는 sec-부틸), 펜틸 (예를 들어, 아이소펜틸, 네오펜틸, 및/또는 tert-펜틸), 헥실, 헵틸, 옥틸, 노닐, 및 데실뿐만 아니라 6개 이상의 탄소 원자의 분지형 포화 1가 탄화수소 기로 예시되지만 이에 한정되지 않는다. 아릴 기는 사이클릭, 완전 불포화, 탄화수소 기를 포함하며, 이는 사이클로펜타다이에닐, 페닐, 안트라세닐, 및 나프틸로 예시되지만 이로 한정되지 않는다. 모노사이클릭 아릴 기는 5 내지 9개의 탄소 원자, 대안적으로 6개 또는 7개의 탄소 원자, 및 대안적으로 5개 또는 6개의 탄소 원자를 가질 수 있다. 폴리사이클릭 아릴 기는 10 내지 17개의 탄소 원자, 대안적으로 10 내지 14개의 탄소 원자, 그리고 대안적으로 12 내지 14개의 탄소 원자를 가질 수 있다. 아르알킬 기는 펜던트 및/또는 말단 아릴 기를 갖는 알킬 기 또는 펜던트 알킬 기를 갖는 아릴 기를

의미한다. 예시적인 아르알킬 기는 톨릴, 자일릴, 벤질, 페닐에틸, 페닐 프로필, 및 페닐 부틸을 포함한다. 카르보사이클릭 기는 탄화수소 고리이다. 카르보사이클릭 기는 모노사이클릭 고리일 수 있거나 또는 대안적으로 융합, 가교, 또는 스피로 폴리사이클릭 고리를 가질 수 있다. 모노사이클릭 카르보사이클릭 기는 3 내지 9 개의 탄소 원자, 대안적으로 4 내지 7개의 탄소 원자, 그리고 대안적으로 5개 또는 6개의 탄소 원자를 가질 수 있다. 폴리사이클릭 카르보사이클릭 기는 7 내지 17개의 탄소 원자, 대안적으로 7 내지 14개의 탄소 원자, 그리고 대안적으로 9개 또는 10개의 탄소 원자를 가질 수 있다. 카르보사이클은 포화 또는 부분 불포화될 수 있다. 카르보사이클릭 기는 포화된 사이클로알킬 기일 수 있다. 적합한 모노사이클릭 사이클로알킬 기는 사이클로부틸, 사이클로펜틸, 및 사이클로헥실로 예시된다. 적합한 1가 할로젠화 탄화수소 기는 탄소 원자에 결합된 하나 이상의 수소 원자가 할로젠 원자로 형식상 대체된 1가 탄화수소 기를 지칭한다. 할로젠화 탄화수소 기는 할로알킬 기, 할로젠화 카르보사이클릭 기, 및 할로알케닐 기를 포함한다. 할로알킬 기는 플루오르화 알킬 기, 예를 들어 트라이플루오로메틸 (CF₃), 플루오로메틸, 트라이플루오로에틸, 2-플루오로프로필, 3,3,3-트라이플루오로프로필, 4,4,4-트라이플루오로부틸, 4,4,4,3,3-펜타플루오로부틸, 5,5,5,4,4,3,3-헥사플루오로펜틸, 6,6,6,5,5,4,4,3,3-노나플루오로헥실, 및 8,8,8,7,7-펜타플루오로옥틸; 및 염소화 알킬 기, 예컨대 클로로메틸 및 3-클로로프로필을 포함한다. 할로젠화 카르보사이클릭 기는 플루오르화 사이클로알킬 기, 예를 들어 2,2-다이플루오로사이클로프로필, 2,3-다이플루오로사이클로부틸, 3,4-다이플루오로사이클로헥실, 및 3,4-다이플루오로-5-메틸사이클로헥틸; 및 염소화 사이클로알킬 기, 예컨대 2,2-다이클로로사이클로프로필, 2,3-다이클로로사이클로펜틸을 포함한다. 할로알케닐 기는 클로로알킬을 포함한다.

[0044]

대안적으로, 1가 유기 기는 산소-원자로 치환된 탄화수소 기, 예컨대 알콕시 기, 아릴옥시 기, 아르알킬옥시 기, 옥소(카르보닐) 기, 카르복실 기 - 카르복실산, 카르복실레이트, 및 카르복실레이트 에스테르를 포함할 수 있다. 대안적으로, 1가 유기 기는 황 원자로 치환된 탄화수소 기, 예컨대 티올-작용기, 알킬 및 아릴 설파이드 기, 설펡사이드-작용기, 설펡 작용기, 설펡올 작용기, 및 설펡아미드 작용기일 수 있다. 대안적으로, 1가 유기 기는 질소 원자로 치환된 탄화수소 기, 예컨대 아민, 하이드록실아민, 니트릴, 니트로 기, N-옥사이드, 하이드라지드, 아지드, 및 에나민일 수 있다. 대안적으로, 1가 유기 기는 다른 헤테로원자-함유 기로 치환된 탄화수소 기일 수 있다. 1가 탄화수소 기 상에서 치환되어 1가 유기 기를 형성하는 원자 및 기의 비제한적인 예에는 F, Cl, Br, I, OR', OC(O)N(R')₂, CN, NO, NO₂, ONO₂, 아지도, CF₃, OCF₃, R', O (옥소), S (티오노), C(O), S(O), 메틸렌다이옥시, 에틸렌다이옥시, N(R')₂, SR', SOR', SO₂R', SO₂N(R')₂, SO₃R', C(O)R', C(O)C(O)R', C(O)CH₂C(O)R', C(S)R', C(O)OR', OC(O)R', C(O)N(R')₂, OC(O)N(R')₂, C(S)N(R')₂, (CH₂)₀₋₂N(R')C(O)R', (CH₂)₀₋₂N(R')N(R')₂, N(R')N(R')C(O)R', N(R')N(R')C(O)OR', N(R')N(R')CON(R')₂, N(R')SO₂R', N(R')SO₂N(R')₂, N(R')C(O)OR', N(R')C(O)R', N(R')C(S)R', N(R')C(O)N(R')₂, N(R')C(S)N(R')₂, N(COR')COR', N(OR')R', C(=NH)N(R')₂, C(O)N(OR')R', 또는 C(=NOR')R'이 포함되며, 여기서 R'은 수소 또는 탄소계 모이어티 (moiety)일 수 있고, 탄소계 모이어티는 그 자체가 추가로 치환될 수 있고, 예를 들어, R'은 수소, 알킬, 아실, 사이클로알킬, 아릴, 아르알킬, 헤테로사이클릴, 헤테로아릴 또는 헤테로아릴알킬일 수 있고, 임의의 알킬, 아실, 사이클로알킬, 아릴, 아르알킬, 헤테로사이클릴, 헤테로아릴 또는 헤테로아릴알킬 또는 R'은 독립적으로 일치환 또는 다치환될 수 있거나; 또는 질소 원자 또는 인접한 질소 원자에 결합된 2개의 R' 기는 질소 원자 또는 원자들과 함께 헤테로사이클릴을 형성할 수 있고, 이는 독립적으로 일치환 또는 다치환될 수 있다. 유기 기의 예에는 선형 및/또는 분지형 기, 예컨대 알킬 기, 완전 또는 부분 할로젠-치환된 할로알킬 기, 알케닐 기, 알키닐 기, 방향족 기, 아크릴레이트 작용기, 및 메타크릴레이트 작용기; 및 다른 유기 작용기, 예컨대 에테르 기, 시아네이트 에스테르 기, 에스테르 기, 카르복실레이트 염 기, 메르캅토 기, 설파이드 기, 아지드 기, 포스포네이트 기, 포스핀 기, 마스크된 아이소시아노 기, 및 하이드록실 기가 포함된다. 유기 기의 예에는 하기가 포함되지만 이로 한정되지 않는다: 알킬 기, 예컨대 메틸, 에틸, 프로필, 아이소프로필, n-부틸, s-부틸, 및 t-부틸 기, 아크릴레이트 작용기, 예컨대 아크릴로일옥시프로필 기 및 메타크릴로일옥시프로필 기; 알케닐 기, 예컨대 비닐, 알릴, 및 부테닐 기; 알키닐 기, 예컨대 에틸닐 및 프로피닐 기; 방향족 기, 예컨대 페닐, 톨릴, 및 자일릴 기; 시아노알킬 기, 예컨대 시아노에틸 및 시아노프로필 기; 할로젠화 탄화수소 기, 예컨대 3,3,3-트라이플루오로프로필, 3-클로로프로필, 다이클로로페닐, 및 6,6,6,5,5,4,4,3,3-노나플루오로헥실 기; 알케닐옥시폴리(옥시알킬렌) 기, 예컨대 알릴옥시(폴리옥시에틸렌), 알릴옥시폴리(옥시프로필렌), 및 알릴옥시-폴리(옥시프로필렌)-코-폴리(옥시에틸렌) 기; 알킬옥시폴리(옥시알킬렌) 기, 예컨대 프로필옥시(폴리옥시에틸렌), 프로필옥시폴리(옥시프로필렌) 및 프로필옥시-폴리(옥시프로필렌)-코-폴리(옥시에틸렌) 기; 할로젠 치환된 알킬옥시폴리(옥시알킬렌) 기, 예컨대 퍼플루오로프로필옥시(폴리옥시에틸렌), 퍼플루오로프로필옥시폴리(옥시프로필렌), 및 퍼플루오로프로필옥시-폴리(옥시프로필렌)-코-폴리(옥시에틸렌) 기; 알콕시 기, 예컨대 메톡시, 에톡시, n-프로

폭시, 아이소프로폭시, n-부톡시, 및 에틸헥실옥시 기; 아미노알킬 기, 예컨대 3-아미노프로필, 6-아미노헥실, 11-아미노운데실, 3-(N-알릴아미노)프로필, N-(2-아미노에틸)-3-아미노프로필, N-(2-아미노에틸)-3-아미노아이소부틸, p-아미노페닐, 2-에틸피리딘, 및 3-프로필피롤 기; 에폭시알킬 기, 예컨대 3-글리시독시프로필, 2-(3,4-에폭시사이클로헥실)에틸, 및 5,6-에폭시헥실 기; 에스테르 작용기, 예컨대 아세톡시에틸 및 벤조일옥시프로필 기; 하이드록시 작용기, 예컨대 하이드록시에틸 및 2-하이드록시에틸 기; 마스킹된 아이소시아네이트 작용기, 예컨대 프로필-t-부틸카르바메이트, 및 프로필에틸카르바메이트 기; 알데하이드 작용기, 예컨대 운데카날 및 부티르알데하이드 기; 무수물 작용기, 예컨대 3-프로필 석신산 무수물 및 3-프로필 말레산 무수물 기; 및 카르복실산의 금속 염, 예컨대 3-카르복시프로필 및 2-카르복시에틸의 아연, 나트륨, 또는 칼륨 염.

[0045] 정제하려는 혼합물 내의 폴리유기실록산은 하기로 예시된다:

[0046] a) 트라이메틸실록시-말단화된 폴리다이메틸실록산,

[0047] b) 트라이메틸실록시-말단화된 폴리(다이메틸실록산/메틸페닐실록산),

[0048] c) 다이메틸수소실록시-말단화된 폴리다이메틸실록산,

[0049] d) 다이메틸수소실록시-말단화된 폴리(다이메틸실록산/메틸수소실록산),

[0050] e) 다이메틸수소실록시-말단화된 폴리메틸수소실록산,

[0051] f) 트라이메틸실록시-말단화된 폴리(다이메틸실록산/메틸수소실록산),

[0052] g) 트라이메틸실록시-말단화된 폴리메틸수소실록산,

[0053] 하이드록시-말단화된 폴리다이메틸실록산,

[0054] 하이드록시-말단화된 폴리(다이메틸실록산/메틸비닐실록산),

[0055] 하이드록시-말단화된 폴리(다이메틸실록산/메틸페닐실록산),

[0056] h) a), b), c), d), e), f), 및 g)의 둘 이상의 조합.

[0057] 대안적으로, 혼합물은 공정 가스 또는 증기 스트림일 수 있다. 예에는 폴리유기실록산을 중합 또는 작용화하는 데 사용되는 것들과 같은 반응기로부터의 혼합된 오버헤드 증기 스트림뿐만 아니라, 잔류 휘발성 실록산, 예컨대 매립지 가스를 함유하는 배기 스트림 및 공기 스트림이 포함된다. 반응의 유형의 예에는 가수분해, 응축, 하이드로실릴화, 에폭시화, 알콕실화, 에스테르 교환, 트랜스-가알코올분해, 라디칼 중합, 음이온성 또는 양이온성 중합이 포함된다. 공정 가스 스트림의 다른 예에는 발전소, 엔진, 히터 및 퍼니스(furnace)로부터의 연소 배기가스가 포함된다.

[0058] 대안적으로, 혼합물은 공정 액체 스트림일 수 있다. 예에는 VOC-함유 폐수 또는 에멀전, 예컨대 잔류 단량체를 함유하는 라텍스 페인트 또는 잔류 휘발성 실록산을 함유하는 실리콘 에멀전이 포함된다.

[0059] 방법의 응용/용도

[0060] 본 방법은, 예를 들어 공정 증기 스트림으로부터 무기 화합물을 제거하고/하거나 VOC를 건조 및/또는 제거하기 위한 다양한 응용에 사용될 수 있다.

[0061] 대안적으로, 본 명세서에 기재된 방법은 혼합물, 예컨대 비휘발성 폴리유기실록산 (전술된 바와 같음), 예컨대 비환형 폴리다이유기실록산, 공정 가스 유출물, 및 공정 폐수 내의 환형 폴리다이유기실록산 (전술된 바와 같음), 예를 들어 폴리다이알킬실록산의 양을 감소시키는 데 사용될 수 있다.

[0062] 일부 실시 형태에서, 본 명세서에 기재된 방법은 고갈된 혼합물 내에 원하는 휘발성 성분을 남기면서 소정의 휘발성 성분을 선택적으로 제거하는 데 사용될 수 있다. 이러한 실시 형태에서, 비다공성 가교결합된 탄성중합체 중에서의 하나의 휘발성 성분의 용해도는 더 높은 증기압을 갖는 제2 휘발성 성분의 용해도보다 더 높을 수 있다.

[0063] 예를 들어, 수증기 및 환형 폴리유기실록산, 예컨대 D₄ 및 D₅를 함유하는 실리콘 에멀전의 경우에, 환형 폴리유기실록산을 제거하고 에멀전 중에 수증기를 남기는 것이 바람직할 수 있다.

[0064] 일 실시 형태에서, 본 명세서에 기재된 방법은 휘발성 성분 및 적어도 하나의 비휘발성 성분을 포함하는 혼합물로부터 휘발성 성분을 제거하는 데 사용될 수 있다. 본 방법은 하기 단계들을 포함한다:

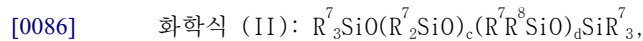
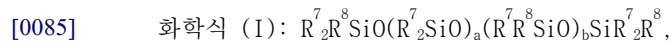
- [0065] 1) 증기상 혼합물을 유리 전이 온도가 25℃ 이하인 비다공성 가교결합된 탄성중합체와 직접 접촉시킴으로써, 수축 전의 혼합물보다 더 적은 휘발성 성분을 함유하는 고갈된 혼합물을 형성하고, 비다공성 가교결합된 탄성중합체를 수축된 휘발성 성분으로 풍부화함으로써 풍부화된 가교결합된 탄성중합체를 형성하는 단계,
- [0066] 2) 단계 1) 동안 그리고/또는 후에 고갈된 혼합물을 회수하는 단계,
- [0067] 3) 풍부화된 가교결합된 탄성중합체로부터 수축된 휘발성 성분의 적어도 일부를 탈착시킴으로써, 탈착된 휘발성 성분 및 탈착 전의 풍부화된 가교결합된 탄성중합체보다 더 적은 수축된 휘발성 성분을 함유하는 재생된 탄성중합체를 형성하는 단계,
- [0068] 4) 단계 1)을 반복 시에 비다공성 가교결합된 탄성중합체의 전부 또는 일부로서 재생된 탄성중합체를 사용하는 단계, 및
- [0069] 선택적으로 5) 단계 2) 동안 그리고/또는 후에 탈착된 휘발성 성분을 회수하는 단계. 이러한 실시 형태에서, 휘발성 성분은 휘발성 오염물일 수 있다. 휘발성 오염물은 전술된 바와 같이 중합도가 3 내지 12인 환형 폴리유기실록산을 포함할 수 있다. 혼합물 내의 적어도 하나의 비휘발성 성분은 선형 폴리유기실록산을 포함할 수 있다. 비다공성 가교결합된 탄성중합체는 비다공성 가교결합된 폴리유기실록산 탄성중합체일 수 있다. 본 방법의 이러한 실시 형태는 선형 폴리유기실록산을 포함하지만 이로 한정되지 않는 다양한 혼합물로부터 D₄를 제거하는 데 사용될 수 있다.
- [0070] Tg가 25℃ 이하인 비다공성 가교결합된 탄성중합체
- [0071] 비다공성 가교결합된 탄성중합체는 Tg가 +25℃ 이하이다. 이것은 유기 탄성중합체 또는 폴리유기실록산 탄성중합체일 수 있다. Tg는 -225℃ 내지 +25℃의 범위일 수 있다. 대안적으로, Tg는 -200℃ 내지 +25℃의 범위일 수 있다. 본 방법에 사용하기에 적합한 유기 탄성중합체의 예에는 폴리부타디엔, 폴리아이소부틸렌, 폴리아이소프렌, 어택틱(atactic) 폴리프로필렌 및 에틸렌-프로필렌 탄성중합체, 에틸렌-프로필렌-다이엔 (EPDM), 스티렌-부타디엔 고무, 니트릴 고무, 수소화 니트릴 고무, 할로겐화 고무, 플루오로탄성중합체 (예를 들어, 비톤 (Viton)TM), 폴리에테르 블록 아미드, 에틸렌 비닐 아세테이트 (EVA), 에피클로로하이드린 고무, 아크릴 고무, 퍼플루오로탄성중합체 (예를 들어, 칼레즈(Kalrez)TM), 폴리스티렌, 폴리아크릴레이트, 및 폴리우레탄 고무가 포함된다. 이론에 의해 구애되고자 함이 없이, Tg가 +25℃ 초과인 유리질 유기 중합체는 더 낮은 Tg 재료보다 더 적은 자유 부피를 가지며, 자유 부피는 더 높은 Tg를 갖는 재료보다 탄성중합체의 벌크 내로의 더 많은 수축을 가능하게 하는 것으로 여겨진다. 본 발명에 사용되는 탄성중합체는 tan 델타가 > 0, 대안적으로 > 0 내지 2 일 수 있다. tan 델타는 탄성 손실 모듈러스 대 탄성 저장 모듈러스의 비를 의미한다.
- [0072] Tg가 25℃ 이하인 비다공성 가교결합된 탄성중합체가, Tg가 25℃ 이하인 비다공성 가교결합된 폴리유기실록산 탄성중합체인 경우, 상기 비다공성 가교결합된 폴리유기실록산 탄성중합체는 하기 단계들을 포함하는 방법에 의해 제조될 수 있다:
- [0073] i) 성분들을 배합하여
- [0074] (A) 하이드로실릴화 촉매,
- [0075] (B) 분자당 평균 2개 이상의 규소 결합된 지방족 불포화 탄화수소 기를 갖는 폴리유기실록산,
- [0076] (C) 분자당 평균 2개 초과인 규소 결합된 수소 원자를 갖는 가교결합제,
- [0077] 선택적으로, (D) 억제제, 및
- [0078] 선택적으로, (E) 용매를 포함하는 조성물을 제조하는 단계; 및
- [0079] ii) 조성물을 가열함으로써,
- [0080] 가교결합된 폴리유기실록산 탄성중합체를 형성하는 단계. 이론에 의해 구애되고자 함이 없이, Tg는 성분 (B)의 적절한 선택, 성분 (B)의 중합도 (DP) 및 분자량 및 가교결합 밀도에 의해 제어될 수 있다. 성분 (B)가 폴리다이메틸실록산인 경우, DP는 10 이상이어서 Tg가 25℃ 이하인 비다공성 가교결합된 탄성중합체를 형성할 수 있다. 당업자는 Tg가 25℃ 이하인 비다공성 가교결합된 탄성중합체를 형성하기 위하여 성분 (A) 및 성분 (B)를 선택하는 방법을 알 것이다.
- [0081] 성분 (A)에 적합한 하이드로실릴화 촉매는 당업계에 공지되어 있으며 구매가능하다. 그러한 하이드로실릴화 촉매는 백금, 로듐, 루테튬, 팔라듐, 오스뮴, 및 이리듐으로부터 선택되는 금속을 포함할 수 있다. 대안적으로,

하이드로실릴화 촉매는 그러한 금속의 화합물, 예를 들어 클로로백금산, 클로로백금산 6수화물, 이염화백금, 및 상기 화합물들과 저분자량 유기폴리실록산의 착물, 또는 매트릭스 또는 코어/셸(core/shell) 유형 구조 내에 마이크로캡슐화된 백금 화합물일 수 있다. 백금과 저분자량 유기폴리실록산의 착물에는 백금과의 1,3-다이에테닐-1,1,3,3-테트라메틸다이실록산 착물이 포함된다. 이러한 착물은 수지 매트릭스 내에 마이크로캡슐화될 수 있다. 예시적인 하이드로실릴화 촉매가 미국 특허 제3,159,601호; 제3,220,972호; 제3,296,291호; 제3,419,593호; 제3,516,946호; 제3,814,730호; 제3,989,668호; 제4,784,879호; 제5,036,117호; 및 제5,175,325호와 유럽 특허 제0 347 895 B호에 기재되어 있다. 마이크로캡슐화된 하이드로실릴화 촉매 및 그의 제조 방법은 미국 특허 제4,766,176호 및 제5,017,654호에 예시되어 있다.

[0082] 성분 (B)는 하이드로실릴화 반응을 겪을 수 있는, 분자당 평균 2개 이상의 규소 결합된 지방족 불포화 탄화수소기를 갖는 폴리유기실록산이다. 성분 (B)는 선형 및/또는 분지형 구조를 가질 수 있다. 성분 (B)는 단일중합체 또는 공중합체일 수 있다. 성분 (B)는 하나의 폴리유기실록산일 수 있다. 대안적으로, 성분 (B)는 하기 특성들 중 적어도 하나가 상이한 둘 이상의 폴리유기실록산을 포함할 수 있다: 구조, 점도, 평균 분자량, 실록산 단위, 및 배열(sequence). 성분 (B) 내의 지방족 불포화 탄화수소기는 말단 위치, 펜던트 위치, 또는 말단 위치와 펜던트 위치 둘 모두에 위치될 수 있다. 지방족 불포화 탄화수소기는 알케닐 기, 예컨대 비닐, 알릴, 프로페닐, 또는 헥세닐; 또는 알케닐 기, 예컨대 에틸닐 및 프로피닐일 수 있다.

[0083] 성분 (B)에 대한 폴리유기실록산 내의 나머지 규소-결합된 유기기는 지방족 불포화체가 없는 1가 유기 기일 수 있다. 1가 탄화수소기의 예에는 R¹에 대해 전술된 바와 같은 알킬, 사이클로알킬, 아릴, 아르알킬, 및 카르보사이클릭 기가 포함되지만 이로 한정되지 않는다. 1가 할로겐화 탄화수소기의 예에는 R¹에 대해 전술된 할로알킬 기 및 할로겐화 사이클로알킬 기가 포함된다. 다른 1가 유기기의 예는 상기에 정의된 바와 같으며, 이에 산소 원자로 치환된 탄화수소기, 예를 들어 글리시독시알킬, 아크릴옥시알킬, 메타크릴옥시알킬, 및 알콕시 또는 폴리에테르 기 (에틸렌 글리콜 및 프로필렌 글리콜 및 이들의 공중합체), 및 질소 원자로 치환된 탄화수소기, 예를 들어 아미노알킬, 및 시아노-작용기, 예를 들어 시아노에틸 및 시아노프로필이 포함되지만 이로 한정되지 않는다.

[0084] 성분 (B)는 하기 화학식 (I) 또는 화학식 (II)의 폴리다이유기실록산:



[0087] 또는 이들의 조합을 포함할 수 있다.

[0088] 화학식 (I) 및 화학식 (II)에서, 각각의 R⁷은 독립적으로 수소 원자, 또는 지방족 불포화체가 없는 1가 유기기이고, 각각의 R⁸은 독립적으로 알케닐 기 또는 알킬닐 기이다. 하첨자 a는 0 또는 양수일 수 있다. 대안적으로, 하첨자 a는 적어도 2의 평균값을 갖는다. 대안적으로, 하첨자 a는 2 내지 2000 범위의 값을 가질 수 있다. 하첨자 b는 0 또는 양수일 수 있다. 대안적으로, 하첨자 b는 0 내지 2000 범위의 평균값을 가질 수 있다. 합계 (a + b)는 적어도 10, 대안적으로 100 내지 4000일 수 있다. 하첨자 c는 0 또는 양수일 수 있다. 대안적으로, 하첨자 c는 0 내지 2000 범위의 평균값을 가질 수 있다. 하첨자 d는 적어도 2의 평균값을 갖는다. 대안적으로, 하첨자 d는 2 내지 2000 범위의 평균값을 가질 수 있다. 합계 c + d는 적어도 10, 대안적으로 100 내지 4000일 수 있다. R⁷에 적합한 1가 유기기는 전술된 바와 같은 1가 탄화수소기 및 1가 할로겐화 탄화수소기이다. 대안적으로, 각각의 R⁷은 메틸과 같은 알킬 및 페닐과 같은 아릴로 예시되는 1가 탄화수소기이다. 각각의 R⁸은 독립적으로 알케닐 기 또는 알킬닐 기이다. R⁸은 알케닐 기, 예를 들어 비닐, 알릴, 부테닐, 및 헥세닐; 및 알킬닐 기, 예를 들어 에틸닐 및 프로피닐로 예시된다.

[0089] 성분 (B)는 하기와 같은 폴리다이유기실록산을 포함할 수 있다:

[0090] i) 다이메틸비닐실록시-말단화된 폴리다이메틸실록산,

[0091] ii) 다이메틸비닐실록시-말단화된 폴리(다이메틸실록산/메틸비닐실록산),

[0092] iii) 다이메틸비닐실록시-말단화된 폴리메틸비닐실록산,

- [0093] iv) 트라이메틸실록시-말단화된 폴리(다이메틸실록산/메틸비닐실록산),
- [0094] v) 트라이메틸실록시-말단화된 폴리메틸비닐실록산,
- [0095] vi) 다이메틸비닐실록시-말단화된 폴리(다이메틸실록산/메틸비닐실록산),
- [0096] vii) 다이메틸비닐실록시-말단화된 폴리(다이메틸실록산/메틸페닐실록산),
- [0097] viii) 다이메틸비닐실록시-말단화된 폴리(다이메틸실록산/다이페닐실록산),
- [0098] ix) 페닐, 메틸, 비닐-실록시-말단화된 폴리다이메틸실록산,
- [0099] x) 다이메틸헥세닐실록시-말단화된 폴리다이메틸실록산,
- [0100] xi) 다이메틸헥세닐실록시-말단화된 폴리(다이메틸실록산/메틸헥세닐실록산),
- [0101] xii) 다이메틸헥세닐실록시-말단화된 폴리메틸헥세닐실록산,
- [0102] xiii) 트라이메틸실록시-말단화된 폴리(다이메틸실록산/메틸헥세닐실록산),
- [0103] xiv) 트라이메틸실록시-말단화된 폴리메틸헥세닐실록산
- [0104] xv) 다이메틸헥세닐-실록시 말단화된 폴리(다이메틸실록산/메틸헥세닐실록산),
- [0105] xvi) 다이메틸비닐실록시-말단화된 폴리(다이메틸실록산/메틸헥세닐실록산),
- [0106] xvii) i), ii), iii), iv), v), vi), vii), viii), ix), x), xi), xii), xiii), xiv), xv), 및 xvi)의 둘 이상의 조합.
- [0107] 성분 (B)로서 사용하기에 적합한 폴리다이유기실록산 유체를 제조하는 방법, 예를 들어, 상응하는 유기할로실란의 가수분해 및 축합, 또는 환형 폴리다이유기실록산의 평형화가 당업계에 알려져 있다.
- [0108] 조성물 내의 성분 (B)의 양은 성분 (B)의 지방족 불포화 기의 양 및 하이드로실릴화 반응성, 성분 (A)의 유형 및 양, 및 성분 (B) 및/또는 성분 (C)의 규소 결합된 수소 원자의 함량을 포함한 다양한 인자에 좌우된다. 그러나, 성분 (B)의 양은 조성물 내의 모든 성분들의 중량을 기준으로 0.1% 내지 99.9%의 범위일 수 있다.
- [0109] 조성물 내의 성분 (C)는 SiH 작용성 화합물, 즉 분자당 평균 2개 초과 규소 결합된 수소 원자를 갖는 화합물이다. 성분 (C)는 실란 및/또는 유기수소규소 화합물을 포함할 수 있다. 조성물 내의 성분 (C)의 양은 성분 (C)의 SiH 함량, 및 성분 (B)의 지방족 불포화 기 함량을 포함한 다양한 인자에 따라 좌우되지만, 성분 (C)의 양은 성분 (C) 내의 SiH 기 대 성분 (B) 내의 지방족 불포화 유기 기의 몰비 (SiH:Vi 비로 통상 지칭됨)를 0.3:1 내지 5:1, 대안적으로 0.1:10 내지 10:1 범위로 제공하기에 충분할 수 있다. 성분 (C)는 단량체 구조 또는 중합체 구조를 가질 수 있다. 성분 (C)가 중합체 구조를 갖는 경우, 중합체 구조는 선형 또는 분지형일 수 있다. 성분 (C)가 중합체인 경우, 성분 (C)는 단일중합체 또는 공중합체일 수 있다. 성분 (C) 내의 규소 결합된 수소 원자는 말단 위치, 펜던트 위치, 또는 말단 위치와 펜던트 위치 둘 모두에 위치될 수 있다. 성분 (C)는 하나의 SiH 작용성 화합물일 수 있다. 대안적으로, 성분 (C)는 둘 이상의 SiH 작용성 화합물의 조합을 포함할 수 있다. 성분 (C)는 하기 특성들 중 적어도 하나가 상이한 둘 이상의 유기수소폴리실록산일 수 있다: 구조, 평균 분자량, 점도, 실록산 단위, 및 배열.
- [0110] 성분 (C)는 화학식 $R^e_eSiH_f$ 의 실란을 포함할 수 있으며, 여기서 하첨자 e는 0, 1, 2, 또는 3이고; 하첨자 f는 1, 2, 3, 또는 4이되, 단 (e + f)의 합은 4이다. 각각의 R^e 는 독립적으로 할로겐 원자 또는 1가 유기 기이다. R^e 에 적합한 할로겐 원자는 염소, 불소, 브롬, 및 요오드; 대안적으로 염소로 예시된다. R^e 에 적합한 1가 유기 기는 전술된 1가 탄화수소 및 1가 할로젠화 탄화수소 기를 포함하지만 이로 한정되지 않는다. 성분 (C)에 적합한 실란의 예는 트라이클로로실란 ($HSiCl_3$), Me_2HSiCl , 또는 $MeHSi(OMe)_2$ 로 예시된다.
- [0111] 대안적으로, 성분 (C)의 유기수소규소 화합물은, $HR^{10}_2SiO_{1/2}$, $R^{10}_3SiO_{1/2}$, $HR^{10}_4SiO_{2/2}$, $R^{10}_2SiO_{2/2}$, $R^{10}_3SiO_{3/2}$, $HSiO_{3/2}$ 및 $SiO_{4/2}$ 단위를 포함하지만 이로 한정되지 않는 실록산 단위를 포함하는 폴리유기수소실록산을 포함할 수 있다. 상기 화학식들에서, 각각의 R^{10} 은 독립적으로 전술된 지방족 불포화체가 없는 1가 유기 기로부터 선택된다.

- [0112] 성분 (C)는 하기 화학식 (III) 또는 화학식 (IV)의 폴리유기수소실록산:
- [0113] 화학식 (III): $R^{10}_3SiO(R^{10}_2SiO)_g(R^{10}HSiO)_hSiR^{10}_3$,
- [0114] 화학식 (IV): $R^{10}_2HSiO(R^{10}_2SiO)_i(R^{10}HSiO)_jSiR^{10}_2H$, 또는
- [0115] 이들의 조합을 포함할 수 있다.
- [0116] 상기 화학식 (III) 및 화학식 (IV)에서, 하첨자 g는 0 내지 2000 범위의 평균값을 가지고, 하첨자 h는 2 내지 2000 범위의 평균값을 가지고, 하첨자 i는 0 내지 2000 범위의 평균값을 가지고, 하첨자 j는 0 내지 2000 범위의 평균값을 갖는다. 각각의 R^{10} 은 독립적으로, 전술된 바와 같은 1가 탄화수소 기 또는 1가 할로겐화 탄화수소 기이다.
- [0117] 성분 (C)에 대한 폴리유기수소실록산은 하기로 예시된다:
- [0118] a) 다이메틸하이드로젠실록시-말단화된 폴리다이메틸실록산,
- [0119] b) 다이메틸하이드로젠실록시-말단화된 폴리(다이메틸실록산/메틸하이드로젠실록산),
- [0120] c) 다이메틸하이드로젠실록시-말단화된 폴리메틸하이드로젠실록산,
- [0121] d) 트라이메틸실록시-말단화된 폴리(다이메틸실록산/메틸하이드로젠실록산),
- [0122] e) 트라이메틸실록시-말단화된 폴리메틸하이드로젠실록산,
- [0123] f) a), b), c), d) 및 e)의 둘 이상의 조합.
- [0124] 성분 (C)로서 사용하기에 적합한 선형 및 분지형 유기수소폴리실록산을 제조하는 방법, 예를 들어 유기할로실란의 가수분해 및 축합이 당업계에서 알려져 있다.
- [0125] 성분 (D)는, 동일한 성분들을 함유하지만 억제제가 생략된 조성물에 비하여, 조성물의 반응 속도를 변경시키는 데 사용될 수 있는 억제제이다. 하이드로실릴화 경화성 조성물을 위한 억제제는 아세틸렌 알코올, 예를 들어 메틸 부틴올, 에티닐 사이클로헥산올, 다이메틸 헥신올, 및 3,5-다이메틸-1-헥신-3-올, 1-부틴-3-올, 1-프로판-3-올, 2-메틸-3-부틴-2-올, 3-메틸-1-부틴-3-올, 3-메틸-1-펜틴-3-올, 3-페닐-1-부틴-3-올, 4-에틸-1-옥틴-3-올, 3,5-다이메틸-1-헥신-3-올, 및 1-에티닐-1-사이클로헥산올, 및 이들의 조합; 사이클로알케닐실록산, 예를 들어 1,3,5,7-테트라메틸-1,3,5,7-테트라비닐사이클로테트라실록산, 1,3,5,7-테트라메틸-1,3,5,7-테트라헥세닐 사이클로테트라실록산, 및 이들의 조합으로 예시되는 메틸비닐사이클로실록산; 엔-인(ene-yne) 화합물, 예를 들어 3-메틸-3-펜텐-1-인, 3,5-다이메틸-3-헥센-1-인; 트리아졸, 예를 들어 벤조트리아졸; 포스핀; 메르캡탄; 하이드라진; 아민, 예를 들어 테트라메틸 에틸렌디아민, 다이알킬 푸마레이트, 다이알케닐 푸마레이트, 다이알콕시알킬 푸마레이트, 말레에이트, 예를 들어 다이알킬 말레에이트; 니트릴; 에테르; 일산화탄소; 알켄, 예를 들어 사이클로옥타다이엔, 다이비닐테트라메틸다이실록산; 알코올, 예를 들어 벤질 알코올; 및 이들의 조합으로 예시된다.
- [0126] 대안적으로, 조성물 내의 성분 (D)는 실릴화 아세틸렌 화합물일 수 있다. 이론에 의해 구애되고자 함이 없이, 실릴화 아세틸렌 화합물을 함유하지 않거나 또는 상기한 바와 같은 유기 아세틸렌 알코올 억제제를 함유하는 조성물의 하이드로실릴화로부터의 반응 생성물에 비하여, 실릴화 아세틸렌 화합물의 첨가는 조성물의 하이드로실릴화 반응으로부터 제조되는 반응 생성물의 황변(yellowing)을 감소시키는 것으로 여겨진다.
- [0127] 실릴화 아세틸렌 화합물은 (3-메틸-1-부틴-3-옥시)트라이메틸실란, ((1,1-다이메틸-2-프로피닐)옥시)트라이메틸실란, 비스(3-메틸-1-부틴-3-옥시)다이메틸실란, 비스(3-메틸-1-부틴-3-옥시)실란메틸비닐실란, 비스((1,1-다이메틸-2-프로피닐)옥시)다이메틸실란, 메틸(트리스(1,1-다이메틸-2-프로피닐옥시))실란, 메틸(트리스(3-메틸-1-부틴-3-옥시))실란, (3-메틸-1-부틴-3-옥시)다이메틸페닐실란, (3-메틸-1-부틴-3-옥시)다이메틸헥세닐실란, (3-메틸-1-부틴-3-옥시)트라이에틸실란, 비스(3-메틸-1-부틴-3-옥시)메틸트라이플루오로프로필실란, (3,5-다이메틸-1-헥신-3-옥시)트라이메틸실란, (3-페닐-1-부틴-3-옥시)다이페닐메틸실란, (3-페닐-1-부틴-3-옥시)다이메틸페닐실란, (3-페닐-1-부틴-3-옥시)다이메틸비닐실란, (3-페닐-1-부틴-3-옥시)다이메틸헥세닐실란, (사이클로헥실-1-에틴-1-옥시)다이메틸헥세닐실란, (사이클로헥실-1-에틴-1-옥시)다이메틸비닐실란, (사이클로헥실-1-에틴-1-옥시)다이페닐메틸실란, (사이클로헥실-1-에틴-1-옥시)트라이메틸실란, 및 이들의 조합으로 예시된다. 대안적으로, 성분 (D)는 메틸(트리스(1,1-다이메틸-2-프로피닐옥시))실란, ((1,1-다이메틸-2-프로피닐)옥시)트라

이메틸실란, 또는 이들의 조합으로 예시된다. 성분 (D)로서 유용한 실릴화 아세틸렌 화합물은, 전술된 아세틸렌 알코올을 산 수용체의 존재 하에서 클로로실란과 반응시켜 실릴화하는 것과 같은, 당업계에 공지된 방법에 의해 제조될 수 있다.

[0128] 조성물에 첨가되는 억제제의 양은 조성물의 원하는 가사 시간(pot life), 조성물이 1 파트 조성물일지 아니면 다중 파트 조성물일지의 여부, 사용되는 특정 억제제, 및 존재하는 경우, 성분 (C)의 선택 및 양을 포함하는 다양한 인자들에 좌우될 것이다. 그러나, 존재하는 경우, 억제제의 양은 조성물 내의 모든 성분들의 중량을 기준으로 0% 내지 1%, 대안적으로 0% 내지 5%, 대안적으로 0.001% 내지 1%, 대안적으로 0.01% 내지 0.5%, 그리고 대안적으로 0.0025% 내지 0.025%의 범위일 수 있다.

[0129] 조성물은 주위 온도 또는 승온에서 혼합하는 것과 같은 임의의 편리한 수단에 의해 모든 성분들을 배합하는 것을 포함하는 방법에 의해 제조될 수 있다. 예를 들어, 승온에서 조성물을 제조할 경우, 그리고/또는 조성물을 1 파트 조성물로서 제조할 경우, 존재하는 경우 성분 (D)는 성분 (A) 전에 첨가될 수 있다.

[0130] 대안적으로, 예를 들어, 성분 (I)가 부재하는 경우, 또는 조성물이 사용 전에 장기간 동안 보관될 경우, 조성물은 다중 파트 조성물로서 제조될 수 있다. 다중 파트 조성물에서, 성분 (A)는 규소 결합된 수소 원자를 갖는 임의의 성분, 예를 들어 성분 (C)와는 별개의 파트에 저장되며, 파트들은 조성물의 사용 직전에 배합된다. 예를 들어, (A) 및 (B)를 포함하는 성분들을 혼합과 같은 임의의 편리한 수단에 의해 배합함으로써 2 파트 조성물이 제조될 수 있다. (B) 및 (C)를 포함하는 성분들을 혼합과 같은 임의의 편리한 수단에 의해 배합함으로써 경화제가 제조될 수 있다. 성분들은 주위 온도 또는 승온에서 배합될 수 있다 2 파트 조성물이 사용되는 경우, 기재(base)의 양 대 경화제의 양의 중량비는 1:1 내지 10:1의 범위일 수 있다. 조성물은 하이드로실릴화 반응을 통해 반응하여 반응 생성물을 형성할 것이다.

[0131] 조성물의 가열은 가교결합된 폴리유기실록산 탄성중합체를 형성하기에 충분한 시간 동안 30°C 내지 100°C, 대안적으로 50°C 내지 85°C의 온도에서 수행될 수 있다. 성분들, 이들의 양, 및 가열 조건은 생성되는 가교결합된 폴리유기실록산 탄성중합체가 1 기압 및 25°C의 조건 하에서 고체가 되도록 선택된다. 가교결합된 폴리유기실록산은 유리 전이 온도 (Tg)가 25°C 미만이다. 전술된 조성물에는 충전제 및 성분 (A), 성분 (B), 성분 (C) 및 성분 (D)로서 전술된 것들 이외의 성분이 없을 수 있다. 탄성중합체는 용매 (E)의 존재 하에서 제조되고 (가교 결합되고), 이어서 건조될 수 있다. 대안적으로, Tg가 25°C 이하인 비다공성 가교결합된 탄성중합체는 다른 가교결합 방식에 의해, 예컨대 라디칼 경화, 축합 경화, 광경화, 및 에폭시-아민 경화에 의해 제조될 수 있다.

[0132] 이론에 의해 구애되고자 함이 없이, 비다공성 가교결합된 탄성중합체는 제거되는 휘발성 성분 및 형성되는 고갈된 혼합물을 포함한 다양한 인자들에 따라 본 방법에 사용하는 데 선택될 수 있는 것으로 여겨진다. 예를 들어, 휘발성 성분이 물인 경우, 비다공성 가교결합된 탄성중합체는 폴리옥시알킬렌 기를 함유하는 폴리유기실록산 탄성중합체일 수 있다. 휘발성 성분이 환형 폴리유기실록산인 경우, 비다공성 가교결합된 탄성중합체는 알킬 기를 갖는 폴리유기실록산 탄성중합체일 수 있다.

[0133] 시스템/장치

[0134] 도 1은 본 발명의 방법을 실시하는 데 사용될 수 있는 장치(100)의 한 예이다. 제1 접촉기(101)는 유리 전이 온도가 25°C 이하인 비다공성 가교결합된 탄성중합체의 입자(102)의 제1 충전층(packed bed)을 함유한다. 제1 접촉기(101)는 제1 입구(103) 및 제1 출구(104)를 갖는다. 전술된 혼합물을 입구 밸브(106)를 통해 제1 입구(103) 내로 제1 접촉기(101) 내로 공급하기 위하여 공급 라인(105)이 사용될 수 있다. 혼합물이 제1 접촉기(101)를 통과함에 따라, 휘발성 성분은 입자(102) 내로 수착된다. 고갈된 혼합물이 제1 출구(104)를 통해 제1 접촉기(101)를 빠져나가서, 출구 밸브(107)를 통해, 그리고 출구 라인(108)을 통해 외부로 빠져나간다. 고갈된 혼합물은 정제된 생성물이며, 이는 수집 용기(도시되지 않음) 내에 저장될 수 있다.

[0135] 장치(100)는 유리 전이 온도가 25°C 이하인 비다공성 가교결합된 탄성중합체의 입자(202)의 제2 충전층을 함유하는 제2 접촉기(201)를 추가로 포함할 수 있다. 입자(202)는 제1 접촉기(101) 내의 입자(102)와 동일하거나 상이할 수 있다. 제2 접촉기(201)는 제2 입구(203) 및 제2 출구(204)를 갖는다. 요구되는 경우, 예컨대 제1 충전층 내의 입자(102)가 휘발성 성분을 수착함에 따라 팽윤되어 충전층을 통한 압력 강하의 바람직하지 않은 증가를 야기하는 경우, 그리고/또는 입자(102)가 더 많은 휘발성 성분을 수착함에 따라, 입자가 휘발성 성분을 수착할 수 있는 속도가 원치 않는 속도까지 느려지는 경우, 밸브(106, 107)는 폐쇄될 수 있고 공급 밸브(206) 및 출구 밸브(207)가 개방될 수 있다. 이것은 공급 라인(205)을 통해 입구 밸브(206)를 통해 제2 입구(203) 내로 제2 접촉기(201) 내로 유입되도록 혼합물을 경로-재설정시킬 것이다. 혼합물이 제2 접촉기(201)를 통과함에

따라, 휘발성 성분은 입자(202) 내로 수착된다. 고갈된 혼합물이 제2 출구(204)를 통해 제2 접촉기(201)를 빠져나가서, 출구 밸브(207)를 통해, 그리고 출구 라인(208)을 통해 외부로 빠져나간다. 고갈된 혼합물은 정제된 생성물이며, 이는 동일하거나 상이한 수집 용기(도시되지 않음) 내에 저장될 수 있다.

[0136] 혼합물이 제1 접촉기(101)를 통한 유동을 멈춘 후에, 접촉기(101) 내의 입자(102)는 재생될 수 있다. 예를 들어, 퍼지 밸브(109, 110)가 개방되고, 스위프 가스 (예컨대, 공기 또는 불활성 가스)가 라인(111, 112)을 통해 제1 접촉기(101)를 통과할 수 있다. 제1 접촉기(101)는 선택적으로 가열될 수 있고/있거나, 스위프 가스는 선택적으로 가열될 수 있다. 제1 접촉기(101) 내의 입자(102)가 재생된 후에, 밸브(206, 207)는 폐쇄되고, 혼합물은 제1 접촉기(101)를 통해 다시 경로-재설정될 수 있다. 입자(202)는 밸브 및 라인 (도시되지 않음)을 통해 제1 접촉기(101)에서와 유사하게 재생될 수 있다. 상기 방법은 장치(100)를 사용하여 반복될 수 있다. 제2 접촉기(201) 내의 입자(202)는 퍼지 밸브(209, 210)를 개방하고, 스위프 가스 (예컨대, 공기 또는 불활성 가스)가 라인(211, 212)을 통해 제2 접촉기(201)를 통과함으로써 재생될 수 있다. 제2 접촉기(201)는 선택적으로 가열될 수 있고/있거나, 스위프 가스는 선택적으로 가열될 수 있다.

[0137] 도 1은 당업자에게 본 발명을 입증하기 위하여 포함된다. 그러나, 당업자라면, 본 발명의 개시내용을 고려하여, 개시된 구체적인 실시 형태에서 많은 변화가 이루어질 수 있으며, 이는 청구범위에 기재된 본 발명의 사상 및 범주에서 벗어나지 않고서 동일하거나 유사한 결과를 여전히 얻을 수 있음을 알아야 한다. 예를 들어, 유리 전이 온도가 25°C 이하인 비다공성 가교결합된 탄성중합체는 입자(102, 202)에 더하여 또는 그 대신에 다양한 형태를 가질 수 있으며, 예를 들어, 상기 탄성중합체는 박막, 코팅된 지지 재료 (예를 들어, 패키징, 트레이, 플레이트, 메시), 나노로드(nanorod), 미립자, 및/또는 섬유 (중공 및 비중공)의 형태일 수 있다. 접촉기(101, 201)는 수직으로 배향되거나, 도시된 바와 같이 수평으로 배향될 수 있다. 접촉기(101, 201)는 유리 전이 온도가 25°C 이하인 비다공성 가교결합된 탄성중합체로 코팅된 충전층, 유동층, 타워 함유 플레이트, 트레이 또는 디스크일 수 있다. 대안적으로, 접촉기(101, 201)는 수착성 휠, 예컨대 건조성 휠, 또는 다른 회전 디스크 또는 휠 장치일 수 있으며, 여기서는 유리 전이 온도가 25°C 이하인 비다공성 가교결합된 탄성중합체가 휠의 표면의 전부 또는 일부 상에 코팅된다. 대안적으로, 추가적인 접촉기 (도시되지 않음)가 접촉기(101, 201)와 병렬 또는 직렬 구성으로 구성될 수 있다. 선택적으로, 접촉기가 수착성 휠 또는 디스크인 경우, 휠은 재생이 일어나는 섹터 또는 구역을 통해 회전되어 단일 디바이스 내에서 연속 수착 및 재생을 가능하게 할 수 있다.

[0138] 실시예

[0139] 이들 실시예는 본 발명의 일부 실시 형태를 예시하고자 하는 것이며 청구범위에 기재된 본 발명의 범주를 제한하는 것으로 해석되어서는 안 된다. 하기의 성분들을 실시예에서 사용하였다.

[0140] 비교예 1: 비휘발성 실리콘 유체 중에서의 D₄ 증기 수착. 30 밀리그램 (mg)의 비휘발성 실리콘 유체 1 (다우 코닝® 50 cSt 200 플루이드)을 증기 수착 분석기 기기 (티에이 인스트루먼트즈(TA Instruments) VTI-SA+) 내의 미량천칭 상에 로딩하고, 주어진 온도에서 포화에 대한 다양한 부분 압력의 D₄ 증기에 노출시켰다. 실리콘 유체 1은 비휘발성이다. 증기 수착 분석기 상의 유기 증기 셀(cell)의 저장소를 옥타메틸사이클로테트라실록산 (D₄, 미국 미시간주 미들랜드 소재의 다우 코닝 코포레이션으로부터 입수가가능함)으로 충전하였다. 온도 및 상대 압력의 각각의 조합에서, 실리콘 유체/ D₄ 증기 시스템은 열역학 평형에 도달하였으며, 실리콘 유체 및 수착된 D₄ 증기의 최종 질량을 기록하였다. 각각의 등온 전에는, 실리콘 유체 1을 60°C에서 2시간의 건조를 거치게 하여 어떠한 우연히 수착된 질량도 제거됨을 보장하고 초기 '건조' 질량을 확립하였다. 온도 및 압력의 각각의 조합에서, 실리콘 유체 1의 평형 수착 용량을 실리콘 유체 1의 그램 (g)당 수착된 D₄ 증기의 mg의 단위 (mg/g)로 기록하였다. 실리콘 유체 1에 대한 수착 용량이 표 1에 포함되어 있다.

[0141] 비교예 2: 다공성 고체 수착제 중에서의 D₄ 증기 수착. 12 mg의 과립 활성탄 (다르코(Darco) 20-40 활성 차콜 메시 입자 크기, 시그마-알드리치(Sigma-Aldrich))을 증기 수착 분석기 기기 (티에이 인스트루먼트즈(TA Instruments) VTI-SA+) 내의 미량천칭 상에 로딩하고, 20°C에서 포화에 대한 다양한 부분 압력의 D₄ 증기에 노출시켰다. 제2 실험에서는, 증기 수착 분석기 상의 유기 증기 셀의 저장소를 D₄로 충전하였다. 온도 및 상대 압력의 각각의 조합에서, 활성탄 / D₄ 증기 시스템은 열역학 평형에 도달하였으며, 활성탄 및 수착된 D₄ 증기의 최종 질량을 기록하였다. 각각의 등온 전에는, 활성탄을 60°C에서 2시간의 건조를 거치게 하여 어떠한 우연히 수착된 질량도 제거됨을 보장하고 초기 '건조' 질량을 확립하였다. 온도 및 압력의 각각의 조합에서, 활성탄의 평형 수착 용량을 활성탄의 g당 수착된 D₄ 증기의 mg의 단위 (mg/g)로 기록하였다. 활성탄에 대한 수착 용량이

표 1에 포함되어 있다.

[0142] 실시예 1: 가교결합된 폴리유기실록산 탄성중합체 1. 파트 A 및 파트 B를 포함하는 2-파트 조성물을 혼합함으로써 가교결합된 폴리유기실록산 탄성중합체를 제조하였다. 25°C에서의 점도가 55 Pa·s인 α, ω -다이메틸비닐실록시-말단화된 폴리다이메틸실록산 (Vi-PDMS 1) 99.61 부를 0.39 부의 카스테트(Karstedt) Pt 촉매 분산물과 혼합함으로써 파트 A를 제조하였는데, 이때 상기 Pt 촉매 분산물은 등량의 파트 A와 파트 B를 배합할 때 10 ppm (중량 기준)의 전체 Pt 농도를 제공하도록 하였다. 98.54 부의 Vi-PDMS1을 25°C에서의 평균 점도가 0.03 Pa·s 이고 SiH 형태의 H를 1% 포함하는 폴리다이메틸실록산-폴리하이드리도메틸실록산 공중합체 (가교결합체 1) 1.26 부와 0.20 부의 메틸부틴올을 배합함으로써 파트 B를 제조하였다. 파트 A 및 파트 B를 각각 독립적으로 3000 rpm으로 회전 믹서 상에서 2회의 20초 사이클 동안 혼합하였다. 이어서, 5.06 g의 파트 A와 5.06 g의 파트 B를 배합하고, 2회의 20초 혼합 사이클 동안 혼합하고, 이어서 진공 챔버 내에 넣어서 진공 중에서 2분 동안 탈기한 후, 혼합물을 강제 공기 대류식 오븐으로 이동하여 85°C에서 3시간 동안 경화시켰다. 생성된 샘플은 투명하고 건성이며 비유동성인 탄성중합체였으며, 이하 이를 가교결합된 폴리유기실록산 탄성중합체 1로 지칭하였다.

[0143] 실시예 2: 가교결합된 폴리유기실록산 탄성중합체 2. 과량의 양용매(good solvent), 데카메틸사이클로펜타실록산 (D₅)의 존재 하에서 파트 A 및 파트 B를 포함하는 2-파트 조성물을 혼합함으로써, 팽윤된 가교결합된 폴리유기실록산 탄성중합체를 제조하였다. 폴리프로필렌 혼합 컵 내에서 99.61 부의 Vi-PDMS 1을 0.39 부의 카스테트 Pt 촉매 분산물과 혼합함으로써 파트 A를 제조하였는데, 이때 상기 Pt 촉매 분산물은 등량의 파트 A와 파트 B를 배합할 때 10 ppm의 전체 Pt 농도를 제공하도록 하였다. 98.54 부의 Vi-PDMS1을 1.26 부의 가교결합체 1과 배합함으로써 파트 B를 제조하였다. 파트 A 및 파트 B를 각각 독립적으로, 대략 3000 rpm으로 하우스child (Hauschild) 회전 믹서 상에서 2회의 20초 사이클 동안 혼합하였다. 0.625 g의 파트 A를 4.375 g의 D₅와 배합하고, 2회의 20초 혼합 사이클 동안 혼합하였다. 0.625 g의 파트 B를 4.375 g의 D₅와 배합하고, 2회의 20초 혼합 사이클 동안 혼합하였다. 마지막으로, 4.42 g의 D₅ 함유 파트 A와 4.42 g의 D₅ 함유 파트 B를 배합하고, 2회의 20 혼합 사이클 동안 혼합하였다. 이어서, 샘플을 강제 공기 대류식 오븐으로 이동하여 85°C에서 3시간 동안 경화시켰다. 이어서, 생성된 팽윤된 가교결합된 폴리유기실록산 탄성중합체를 1 inHg의 감압 하에서 150°C에서 24시간 동안 진공 오븐 내에 넣어두었다. 이어서, 생성된 재생된 탄성중합체를 재칭량하고 잔류 D₅가 완전히 없음을 확인하여, 재생된 탄성중합체를 얻었으며, 이하, 이를 가교결합된 폴리유기실록산 탄성중합체 2로 지칭하였다. 생성된 샘플은 투명하고 건성이며 비유동성인 고체였다. 이 실시예는 본 명세서에 기재된 방법을 사용하여 탄성중합체가 재생될 수 있음을 입증하였다.

[0144] 실시예 3: 가교결합된 폴리유기실록산 탄성중합체 1 중에서의 D₄ 증기 수착. 실시예 1에 기재된 샘플로부터 절단된 2 mg 조각의 가교결합된 폴리유기실록산 탄성중합체 1을 증기 수착 분석기 기기 (티에이 인스트루먼트 VTI-SA+) 내의 미량천칭 상에 로딩하고, 주어진 온도에서 포화에 대한 다양한 부분 압력의 D₄ 증기에 노출시켰다. 증기 수착 분석기 상의 유기 증기 셀의 저장소를 옥타메틸사이클로테트라실록산 (D₄)으로 충전하였다. 온도 및 상대 압력의 각각의 조합에서, 가교결합된 폴리유기실록산 탄성중합체 / D₄ 증기 시스템은 열역학 평형에 도달하였으며, 가교결합된 폴리유기실록산 탄성중합체 및 수착된 D₄ 증기의 최종 질량을 기록하였다. 각각의 등온 전에는, 가교결합된 폴리유기실록산 탄성중합체를 60°C에서 2시간의 건조를 거치게 하여 어떠한 우연히 수착된 질량도 제거됨을 보장하고 초기 '건조' 질량을 확립하였다. 온도 및 압력의 각각의 조합에서, 수착제의 평형 수착 용량을 기압당 가교결합된 폴리유기실록산 탄성중합체의 g당 수착된 D₄ 증기의 mg의 단위 (mg/g)로 기록하였다. 가교결합된 폴리유기실록산 탄성중합체 1에 대한 수착 용량이 표 1에 포함되어 있다. 높은 상대 압력에서는, 40°C에서 높은 상대 압력 0.8로부터 0.02 상대 D₄ 압력으로 탈착 시에 평형 프로파일이 1000분에 걸쳐 나타날지라도, 샘플은 훨씬 더 짧은 기간에 걸쳐 수착된 D₄의 가파르고 단조로운 하락을 나타내었으며, 이에 따라 이 실시예에서 시험된 조건 하에서의 탈착의 용이성을 입증하였으며, 이는 본 명세서에 기재된 방법에서의 사용에 대한 적합성을 나타낸다.

[0145] 실시예 4: 가교결합된 폴리유기실록산 탄성중합체 2 중에서의 D₄ 증기 수착. 실시예 2에 기재된 경화된 샘플로부터 절단된 34 mg 조각의 가교결합된 폴리유기실록산 탄성중합체 2를 증기 수착 분석기 기기 (티에이 인스트루먼트 VTI-SA+) 내의 미량천칭 상에 로딩하고, 주어진 온도에서 포화에 대한 다양한 부분 압력의 D₄ 증기에 노출시켰다. 증기 수착 분석기 상의 유기 증기 셀의 저장소를 D₄로 충전하였다. 온도 및 상대 압력의 각각의 조합

에서, 가교결합된 폴리유기실록산 탄성중합체 / D₄ 증기 시스템은 열역학 평형에 도달하였으며, 가교결합된 폴리유기실록산 탄성중합체 및 수착된 D₄ 증기의 최종 질량을 기록하였다. 각각의 등온 전에는, 가교결합된 폴리유기실록산 탄성중합체 2 샘플을 60℃에서 2시간의 건조를 거치게 하여 어떠한 우연히 수착된 질량도 제거됨을 보장하고 초기 '건조' 질량을 확립하였다. 온도 및 압력의 각각의 조합에서, 가교결합된 폴리유기실록산 탄성중합체 2의 평형 수착 용량을 기압당 가교결합된 폴리유기실록산 탄성중합체 2의 g당 수착된 D₄ 증기의 mg의 단위 (mg/g)로 기록하였다. 가교결합된 폴리유기실록산 탄성중합체 2에 대한 수착 용량이 표 1에 포함되어 있다. 높은 상대 압력에서는, 40℃에서 높은 상대 압력 0.8로부터 0.02 상대 D₄ 압력으로 탈착 시에 평형 프로파일이 1000분에 걸쳐 나타날지라도, 샘플은 훨씬 더 짧은 기간에 걸쳐 수착된 D₄의 가파르고 단조로운 하락을 나타내며, 이는 그들의 탈착 용이성을 확인해 준다.

[0146] 실시예 5: 가교결합된 폴리유기실록산 탄성중합체 3. 파트 A 및 파트 B를 포함하는 2-파트 조성물을 혼합함으로써 가교결합된 폴리유기실록산 탄성중합체를 제조하였다. 25℃에서의 점도가 12 Pa·s인 α, ω-다이메틸비닐실록시-말단화된 폴리다이메틸실록산 (Vi-PDMS 2) 99.61 부를 0.39 부의 카스테트 Pt 촉매 분산물과 혼합함으로써 파트 A를 제조하였는데, 이때 상기 Pt 촉매 분산물은 등량의 파트 A와 파트 B를 배합할 때 10 ppm의 전체 Pt 농도를 제공하도록 하였다. 91.74 부의 Vi-PDMS2를 25℃에서의 평균 점도가 0.005 Pa·s이고 SiH 형태의 H를 0.8 중량% 포함하는 폴리다이메틸실록산-폴리하이드리도메틸실록산 공중합체의 트라이메틸실록시 말단화된 공중합체 (가교결합제 2) 8.15 부와 0.10 부의 메틸부틴올을 배합함으로써 파트 B를 제조하였다. 파트 A 및 파트 B를 각각 독립적으로 3000 rpm으로 회전 믹서 상에서 2회의 20초 사이클 동안 혼합하였다. 이어서, 5.00 g의 파트 A와 5.01 g의 파트 B를 배합하고, 2회의 20초 혼합 사이클 동안 혼합하고, 이어서 진공 챔버 내에 넣어서 진공 중에서 2분 동안 탈기한 후, 혼합물을 강제 공기 대류식 오븐으로 이동하여 85℃에서 3시간 동안 경화시켰다. 생성된 샘플은 투명하고 건성이며 비유동성인 탄성중합체였으며, 이하 본 명세서에서는 이를 가교결합된 폴리유기실록산 탄성중합체 3으로 지칭하였다.

[0147] 실시예 6: 가교결합된 폴리유기실록산 탄성중합체 4. 과량의 양용매, 데카메틸사이클로펜타실록산 (D₅)의 존재 하에서 파트 A 및 파트 B를 포함하는 2-파트 조성물을 혼합함으로써, 팽윤된 가교결합된 폴리유기실록산 탄성중합체를 제조하였다. 폴리프로필렌 혼합 컵 내에서 99.61 부의 Vi-PDMS 2를 0.39 부의 카스테트 Pt 촉매 분산물과 혼합함으로써 파트 A를 제조하였는데, 이때 상기 Pt 촉매 분산물은 등량의 파트 A와 파트 B를 배합할 때 10 ppm의 전체 Pt 농도를 제공하도록 하였다. 91.47 부의 Vi-PDMS1을 8.13 부의 가교결합제 2와 배합함으로써 파트 B를 제조하였다. 파트 A 및 파트 B를 각각 독립적으로 3000 rpm으로 하우스לט 회전 믹서 상에서 2회의 20초 사이클 동안 혼합하였다. 0.624 g의 파트 A를 4.377 g의 D₅와 배합하고, 2회의 20초 혼합 사이클 동안 혼합하였다. 0.622 g의 파트 B를 4.376 g의 D₅와 배합하고, 2회의 20초 혼합 사이클 동안 혼합하였다. 마지막으로, 4.95 g의 D₅ 함유 파트 A와 4.95 g의 D₅ 함유 파트 B를 배합하고, 2회의 20 혼합 사이클 동안 혼합하였다. 샘플은 실온에서 1시간 이내에 가교결합된 연질 겔을 형성하였다. 이어서, 생성된 팽윤된 가교결합된 폴리유기실록산 탄성중합체를 1 inHg의 감압 하에서 150℃에서 24시간 동안 진공 오븐 내에 넣어두었다. 이어서, 생성된 재생된 탄성중합체를 재칭량하고 잔류 D₅가 완전히 없음을 확인하여, 재생된 탄성중합체를 얻었으며, 이하, 이를 가교결합된 폴리유기실록산 탄성중합체 4로 지칭하였다. 생성된 샘플은 투명하고 건성이며 비유동성인 고체였다. 이 실시예는 본 명세서에 기재된 방법을 사용하여 탄성중합체가 재생될 수 있음을 입증하였다.

[0148] 실시예 7: 가교결합된 폴리유기실록산 탄성중합체 3 중에서의 D₄ 증기 수착. 실시예 5에 기재된 샘플로부터 절단된 12 mg 조각의 가교결합된 폴리유기실록산 탄성중합체 3을 증기 수착 분석기 기기 (티에이 인스트루먼트 VTI-SA+) 내의 미량칭칭 상에 로딩하고, 주어진 온도에서 포화에 대한 다양한 부분 압력의 D₄ 증기에 노출시켰다. 증기 수착 분석기 상의 유기 증기 셀의 저장소를 옥타메틸사이클로테트라실록산 (D₄)으로 충전하였다. 온도 및 상대 압력의 각각의 조합에서, 가교결합된 폴리유기실록산 탄성중합체 / D₄ 증기 시스템은 열역학 평형에 도달하였으며, 가교결합된 폴리유기실록산 탄성중합체 및 수착된 D₄ 증기의 최종 질량을 기록하였다. 각각의 등온 전에는, 가교결합된 폴리유기실록산 탄성중합체를 60℃에서 2시간의 건조를 거치게 하여 어떠한 우연히 수착된 질량도 제거됨을 보장하고 초기 '건조' 질량을 확립하였다. 온도 및 압력의 각각의 조합에서, 수착제의 평형 수착 용량을 기압당 가교결합된 폴리유기실록산 탄성중합체의 g당 수착된 D₄ 증기의 mg의 단위 (mg/g)로 기록하였다. 가교결합된 폴리유기실록산 탄성중합체 3에 대한 수착 용량이 표 1에 포함되어 있다. 이 샘플은 비

가교결합된 액체 (비교예 1)와 비견되는 낮은 상대 압력에서의 D₄ 증기에 대한 수착 용량을 보여주는데, 이는 D₄ 증기에 대한 수착제로서의 유용성을 입증한다.

[0149]

실시예 8: 가교결합된 폴리유기실록산 탄성중합체 4 중에서의 D₄ 증기 수착. 실시예 5에 기재된 샘플로부터 절단된 15 mg 조각의 가교결합된 폴리유기실록산 탄성중합체 4를 증기 수착 분석기 기기 (티에이 인스트루먼트 VTI-SA+) 내의 미량천칭 상에 로딩하고, 주어진 온도에서 포화에 대한 다양한 부분 압력의 D₄ 증기에 노출시켰다. 증기 수착 분석기 상의 유기 증기 셀의 저장소를 옥타메틸사이클로테트라실록산 (D₄)으로 충전하였다. 온도와 상대 압력의 각각의 조합에서, 가교결합된 폴리유기실록산 탄성중합체 / D₄ 증기 시스템은 열역학 평형에 도달하였으며, 가교결합된 폴리유기실록산 탄성중합체 및 수착된 D₄ 증기의 최종 질량을 기록하였다. 각각의 등온 전에는, 가교결합된 폴리유기실록산 탄성중합체를 60°C에서 2시간의 건조를 거치게 하여 어떠한 우연히 수착된 질량도 제거됨을 보장하고 초기 '건조' 질량을 확립하였다. 온도와 압력의 각각의 조합에서, 수착제의 평형 수착 용량을 기압당 가교결합된 폴리유기실록산 탄성중합체의 g당 수착된 D₄ 증기의 mg의 단위 (mg/g)로 기록하였다. 가교결합된 폴리유기실록산 탄성중합체 4에 대한 수착 용량이 표 1에 포함되어 있다. 이 샘플은 비가교결합된 액체 (비교예 1)와 비견되는 낮은 상대 압력에서의 D₄ 증기에 대한 수착 용량을 보여주는데, 이는 D₄ 증기에 대한 수착제로서의 유용성을 입증한다.

[0150] [표 1]

샘플	온도 (°C)	상대 압력	수착 용량 (mg/g)
비교예 1	20	0.02	1.76
	20	0.04	7.21
	30	0.02	3.09
	30	0.04	8.19
	40	0.02	3.85
	40	0.04	8.39
	40	0.2	68.3
	40	0.4	153
	40	0.6	369
	40	0.8	1140
비교예 2	20	0.02	137
	20	0.2	208
	20	0.5	247
	20	0.8	326
	40	0.1	213
	40	0.2	241
	40	0.5	286
	40	0.8	367
실시예 3	20	0.02	0.32
	20	0.04	4.96
	30	0.02	1.43
	30	0.04	6.29
	40	0.02	1.14
	40	0.04	6.71
	40	0.8	558
실시예 4	20	0.02	1.13
	20	0.04	6.06
	40	0.02	2.45
	40	0.95	1214
	40	0.9	926
	40	0.8	618
	40	0.6	329
	40	0.4	153
	40	0.2	42.5
	40	0.1	18.5
	실시예 7	20	0.02
20		0.04	5.10
30		0.02	2.62
30		0.04	6.93
40		0.02	3.40
40		0.04	8.00
실시예 8	20	0.02	1.91
	20	0.04	5.28
	30	0.02	2.54
	30	0.04	7.25
	40	0.02	2.87
	40	0.04	8.32

[0151]

[0152]

비교예 3: 비휘발성 실리콘 유체 중에서의 톨루엔 증기 수착. 30 mg의 비휘발성 실리콘 유체 2 (다우 코닝® 350 cSt 200 플루이드)를 증기 수착 분석기 기기 (티에이 인스트루먼트 VTI-SA+) 내의 미량천칭 상에 로딩하고, 주어진 온도에서 포화에 대한 다양한 부분 압력의 톨루엔 증기에 노출시켰다. 실리콘 유체 1은 비휘발성이다. 증기 수착 분석기 상의 유기 증기 셀의 저장소를 톨루엔 (보증된 ACS 등급, 피셔 사이언티픽(Fisher Scientific))으로 충전하였다. 온도 및 상대 압력의 각각의 조합에서, 실리콘 유체/ 톨루엔 증기 시스템은 열역학 평형에 도달하였으며, 실리콘 유체 및 수착된 톨루엔 증기의 최종 질량을 기록하였다. 각각의 등온 전에는, 실리콘 유체 2를 60°C에서 2시간의 건조를 거치게 하여 어떠한 우연히 수착된 질량도 제거됨을 보장하고 초기 '건조' 질량을 확립하였다. 온도 및 압력의 각각의 조합에서, 실리콘 유체 2의 평형 수착 용량을 실리콘 유체 2의 g당 수착된 톨루엔 증기의 mg의 단위 (mg/g)로 기록하였다. 실리콘 유체 2에 대한 수착 용량이 표 2에 포함되어 있다.

[0153]

실시예 9: 가교결합된 폴리유기실록산 탄성중합체 5 중에서의 톨루엔 증기 수착. 기재 대 경화제의 규정된 10:1 혼합비로 혼합한 후 85°C에서 3시간 동안 경화된 블록으로부터 절단된 실가드(Sylgard)® 184 탄성중합체

(다우 코닝 코포레이션) (가교결합된 폴리유기실록산 탄성중합체 5)의 42 mg 샘플을 증기 수착 분석기 기기 (티에이 인스트루먼트 VTI-SA+) 내의 미량천칭 상에 로딩하고, 주어진 온도에서 포화에 대한 다양한 부분 압력의 톨루엔 증기에 노출시켰다. 증기 수착 분석기 상의 유기 증기 셀의 저장소를 톨루엔 (보증된 ACS 등급, 피셔 사이언티픽)으로 충전하였다. 온도 및 상대 압력의 각각의 조합에서, 가교결합된 폴리유기실록산 탄성중합체 / 톨루엔 증기 시스템은 열역학 평형에 도달하였으며, 가교결합된 폴리유기실록산 탄성중합체 및 수착된 톨루엔 증기의 최종 질량을 기록하였다. 각각의 등온 전에는, 가교결합된 폴리유기실록산 탄성중합체를 60°C에서 3시간의 건조를 거치게 하여 어떠한 휘발성 화학종 또는 우연히 수착된 질량도 제거됨을 보장하고 초기 '건조' 질량을 확립하였다. 온도 및 압력의 각각의 조합에서, 수착제의 평형 수착 용량을 기압당 가교결합된 폴리유기실록산 탄성중합체의 g당 수착된 톨루엔 증기의 mg의 단위 (mg/g)로 기록하였다. 가교결합된 폴리유기실록산 탄성중합체 5에 대한 수착 용량이 표 2에 포함되어 있다. 이 샘플은 비가교결합된 실리콘 유체 2 (비교예 3)와 비견되는 낮은 상대 압력에서의 D₄ 증기에 대한 수착 용량을 보여주는데, 이는 D₄ 증기에 대한 수착제로서의 유용성을 입증한다.

[0154] [표 2]

실시에 9 수착된 톨루엔 증기 mg/g	상대 압력 톨루엔	20 °C	30 °C	40 °C
	0.2	35.0	36.7	37.5
0.4	81.8	85.4	85.9	
0.6	156.7	164.4	158.9	
0.8	334.2	319.6	286.9	
비교예 3 수착된 톨루엔 증기 mg/g	상대 압력 톨루엔	20 °C	30 °C	40 °C
	0.2	41.8	42.9	44.4
0.4	101.4	109.3	103.6	
0.6	209.0	213.2	201.2	
0.8	463.4	412.1	394.6	

[0155]

[0156]

이들 결과는, 본 발명에 사용되는 가교결합된 폴리유기실록산 탄성중합체가 비다공성이고 비유동성인 가교결합된 고체일지라도, 이것이, 온도에 따라 증가하는, 증기에 대한 매우 높은 수착 용량을 보유하고 더 낮은 상대 압력에 대한 노출 시에 용이하게 탈착됨을 입증한다.

[0157]

비교예 4: 활성 차콜 흡착제를 갖는 충전층. 0.49의 상대 압력의 옥타메틸사이클로테트라실록산 (D₄) 증기 및 0.04의 상대 압력의 헥사메틸다이실록산 (L₂) 증기를 함유하는 125 표준 입방 센티미터 (sccm)의 질소 가스를 다르코 20-40 메시 입자 크기의 과립 활성 차콜 입자의 충전층에 도입하였다. 충전층의 입구에서의 배합된 가스/증기 스트림의 온도는 23°C였다. 충전층을 하우징한 스테인리스 강 튜빙의 내경 및 길이는 각각 0.46 센티미터 (cm) 및 7.0 cm였다. 충전층을 구성하는 활성 차콜의 질량은 472 밀리그램 (mg)이었다. 시간-평균 충전층 입구 및 출구 압력은 각각 2.78 및 1.88 파운드/제곱인치 게이지 (psig)였다. 0.5 마이크로미터 (μm) 필터를 충전층 출구에 배치하여 입자가 하류로 유입하는 것을 방지하였다. 충전층 유출 D₄ 증기 및 L₂ 증기 농도를 가스 크로마토그래프에 대한 가스/증기 자동화 주입을 사용하여 시간의 함수로서 측정하였다. 이 데이터로부터, 충전층 용량은 활성 차콜 그램당 275 mg의 D₄ 증기 및 활성 차콜 그램당 63 mg의 L₂ 증기인 것으로 계산되었다. 흡착된 상 및 증기상에서의 D₄ 분자와 L₂ 분자의 상대비로서 정의된 D₄/L₂ 분리 계수는 8.1이었다.

[0158]

실시에 9: 비다공성 가교결합된 폴리유기실록산 탄성중합체 입자를 갖는 충전층. 0.49의 상대 압력의 옥타메틸사이클로테트라실록산 (D₄) 증기 및 0.04의 상대 압력의 헥사메틸다이실록산 (L₂) 증기를 함유하는 125 sccm의 질소 가스를 비다공성 폴리유기실록산 탄성중합체 입자의 충전층에 도입하였다. 충전층의 입구에서의 배합된 가스/증기 스트림의 온도는 23°C였다. 충전층을 하우징한 스테인리스 강 튜빙의 내경 및 길이는 각각 0.46 cm 및 7.0 cm였다. 충전층을 구성하는 비다공성 폴리유기실록산 탄성중합체 입자의 질량은 304 mg이었다. 시간-평균 충전층 입구 및 출구 압력은 각각 3.10 및 1.88 psig였다. 0.5 μm 필터를 충전층 출구에 배치하여 입자가 하류로 유입하는 것을 방지하였다. 충전층 유출 D₄ 증기 및 L₂ 증기 농도를 가스 크로마토그래프에 대한 가스/증기 자동화 주입을 사용하여 시간의 함수로서 측정하였다. 이 데이터로부터, 충전층 용량은 비다공성 실리콘 탄성중합체 입자 그램당 205 mg의 D₄ 증기 및 비다공성 실리콘 탄성중합체 입자 그램당 24 mg의 L₂ 증기인 것

으로 계산되었다. 흡착된 상 및 증기상에서의 D_4 물분율과 L_2 물분율의 상대비로서 정의된 D_4/L_2 분리 계수는 16.6이었다. 비교예 4와 실시예 9는, 실시예 9에 기재된 방법이 활성 차콜을 사용하는 방법보다 더 우수하게 L_2 로부터 D_4 를 선택적으로 제거할 수 있음을 보여준다.

[0159] 산업상 이용가능성

[0160] 본 명세서에 기재된 방법은 적어도 하나의 증기상 휘발성 성분을 포함하는 혼합물 (예를 들어, 환형 물질이 많이 함유된 실리콘 유체 또는 D_4 -함유 공정 가스 스트림)을 유리 전이 온도가 $+25^\circ\text{C}$ 이하인 비다공성 가교결합된 탄성중합체를 포함하는 수착제와 접촉시킴으로써 상기 혼합물로부터 가스 또는 증기 (예를 들어, D_4 , D_5)를 분리하는 데 특히 유용하다. 선택적으로, 탄성중합체는 용매의 존재 하에서 가교결합될 수 있으며, 이어서 용매는 후속으로 실질적으로 제거된다. 생성된 비다공성 가교결합된 탄성중합체는 D_4 및 VOC와 같은 증기를 흡착하는 데 매우 높은 용량을 나타내며, 이때 낮은 온도와는 대조적으로, 더 높은 온도에서 용량이 상당히 증가되고, 낮은 온도에서 매우 용이하게 탈착되는 특유의 유리한 열 프로파일을 갖는다. 휘발성 물질을 차가운 수착 재료와 접촉시킴으로써 열 손실 없이 이미 가온한 스트림으로부터 그것을 분리하는 데 있어서의 이용가능성 및 때때로 그러한 필요성뿐만 아니라, 가열되지 않은 공기 및/또는 불활성 가스 스트림을 사용하여 수착제를 재생할 수 있는 에너지 및 비용 절약으로 인해, 비다공성 가교결합된 탄성중합체를 사용하는 본 명세서에 기재된 방법은 전통적인 가스 분리에서 에너지 및 비용-효율 이득에 있어서 상당히 잠재적인 중요성을 갖는다. 또한, 그러한 매체를 포함하는 접촉 장치 및 그러한 접촉 공정에 의해 정제된 생성물 - 실리콘 생성물 및 중간체를 포함함 - 이 개시되어 있다. 통상적인 고체 흡착제 매체 또는 다공성 유기, 중합체 또는 유기금속 구조물에 비하여, 비다공성 가교결합된 폴리유기실록산 탄성중합체는 부착오염 및 물질 전달 제한이 덜 일어나기 쉬울 수 있다.

[0161] 용어의 정의 및 용법

[0162] 모든 양, 비율 및 백분율은, 달리 표시되지 않는 한, 중량 기준이다. 관사("a", "an", 및 "the")는 각각, 본 명세서의 문맥에 의해 달리 지시되지 않는다면, 하나 이상을 말한다. 범위의 개시는 그 범위 자체, 그리고 또한 그 안에 포함되는 임의의 것뿐만 아니라 종점도 포함한다. 예를 들어, 2.0 내지 4.0의 범위의 개시는 2.0 내지 4.0의 범위뿐만 아니라, 2.1, 2.3, 3.4, 3.5, 및 4.0도 개별적으로 포함하며, 또한 그 범위 내에 포함되는 임의의 다른 숫자도 포함한다. 더욱이, 예를 들어 2.0 내지 4.0의 범위의 개시는, 예를 들어 2.1 내지 3.5, 2.3 내지 3.4, 2.6 내지 3.7, 및 3.8 내지 4.0의 하위세트뿐만 아니라, 그 범위 내에 포함되는 임의의 다른 하위세트도 포함한다. 유사하게, 마쿠쉬 군의 개시는 전체 군, 그리고 또한 임의의 개별 구성원 및 그 안에 포함되는 하위군도 포함한다. 예를 들어, 마쿠쉬 군의 개시에서 수소 원자, 알킬 기, 아릴 기, 또는 아르알킬 기는 개별적으로 구성원 알킬; 하위군 알킬 및 아릴; 및 임의의 다른 개별 구성원 및 그 안에 포함되는 하위군을 포함한다.

[0163] 본 명세서에서 사용되는 약어는 다음과 같이 정의된다: 약어 "cSt"는 센티스토크를 의미한다. "DP"는 중합도를 의미한다. "GC"는 가스 크로마토그래피를 의미한다. "Pa·s"는 파스칼 초를 의미하고, "ppm"은 백만분율을 의미한다. "Tg"는 유리 전이 온도를 의미한다.

[0164] 용어 "고갈된" 및 그의 파생어는 각각 단계 1) 전의 혼합물 내의 휘발성 성분의 양이 본 명세서에 기재된 방법의 단계 1)을 실시한 후에 더 낮은 양으로 감소됨을 의미한다.

[0165] 용어 "풍부화된" 및 그의 파생어는 가교결합된 탄성중합체 내의 휘발성 성분의 양이 본 명세서에 기재된 방법의 단계 1)을 실시하기 전보다 단계 1)을 실시하는 동안 그리고 실시한 후에 더 큼을 의미한다.

[0166] 가교결합된 탄성중합체에 관하여 본 명세서에 사용되는 바와 같이, 용어 "비다공성" 및 그의 파생어는 상기 탄성중합체가 100 마이크로미터 (μm) 미만의 직경 (또는 불규칙한 형상을 갖는 기공의 경우에는 평균 단면-폭 치수)을 갖는 기공 (즉, 구멍, 슬릿, 공극 부피의 임의의 형상)을 실질적으로 갖지 않음을 의미한다. 상기 탄성중합체의 어떠한 주어진 연속 조각도 본질적으로 비다공성이며, 상기 탄성중합체는 연속 입자들, 섬유들 또는 시트들 사이의 공간이 상당한 표면적을 생성할 수 있도록 임의의 크기 및 형상의 입자들, 섬유들 또는 시트들을 포함할 수 있음에 유의해야 한다. 상기 탄성중합체의 조각은 공동(cavity)을 함유할 수 있는데, 이는 적어도 100 μm 의 직경 (또는 불규칙한 형상을 갖는 기공의 경우에는 평균 단면-폭 치수)을 가짐으로써 기공과 구별되는 것으로, 예컨대 유체 압력을 최소화하면서 유체 유동을 최대화하기 위하여 연속 탄성중합체 조각 내에 성형되거나, 드릴링되거나, 절단되거나 또는 달리 형성된 더 큰 구멍 또는 공동이다. 용어 비다공성은 반투과성 재료를 포함하는데, 여기서는 휘발성 성분은 수착되지만, 더 작은 분자 (예를 들어, 질소 가스)는 통과할 수 있다.

[0167] 용어 "수착" 및 그의 파생어는 흡수 및/또는 흡착하는 것; 대안적으로 흡착하는 것, 및 대안적으로 흡수하는 것을 의미한다. 대안적으로, 수착은 흡수 및 흡착 둘 모두를 포함할 수 있다.

[0168] 본 명세서에 사용되는 바와 같이, 용어 "치환된"은, 1가 탄화수소 기 (예를 들어, 알킬, 알케닐, 알키닐, 또는 아릴)에 있어서, 그 안에 함유된 수소 원자에 대한 하나 이상의 결합이 비수소 원자에 대한 하나 이상의 결합에 의해 대체되고/되거나 하나 이상의 탄소 원자가 헤테로원자 (예를 들어, 할로젠, N, O, 또는 S)로 대체되는 것을 지칭한다.

[0169] 용어 "휘발성" 및 그의 파생어는 하나의 성분이 다른 하나의 성분보다 더 높은 증기압을 가질 수 있음을 의미한다. 소정 실시 형태에서, 휘발성 성분은 상대 증기압에 의해 혼합물 내의 적어도 하나의 다른 성분과 구별될 수 있다. 휘발성 성분은 증기압이 혼합물 내의 적어도 다른 성분의 증기압보다 더 높을 수 있다. 휘발성 성분은 70°C에서의 순수 성분 증기압이 적어도 0.1 mmHg일 수 있다. 혼합물 내의 적어도 하나의 다른 성분은 70°C에서의 증기압이 0.1 mmHg 미만인 비휘발성 성분일 수 있다. (휘발성은 기화하려는 물질의 경향을 지칭한다. 휘발성은 물질의 증기압과 직접 관련되어 있다. 주어진 온도에서, 더 높은 증기압을 갖는 물질은 더 낮은 증기압을 갖는 물질보다 더 용이하게 기화된다.) 다른 실시 형태에서, 휘발성 성분은 혼합물 내의 적어도 하나의 다른 성분의 증기압보다 더 낮은 증기압을 가질 수 있는데, 이는, 비다공성 가교결합된 탄성중합체 중에서의 휘발성 성분의 용해도가 비다공성 가교결합된 탄성중합체 중에서의 적어도 하나의 다른 성분의 용해도보다 더 높은 경우이다.

도면

도면1

